

⑩

Offenlegungsschrift 23 61 551

⑪

Aktenzeichen: P 23 61 551.2

⑫

Anmeldetag: 11. 12. 73

⑬

Offenlegungstag: 19. 6. 75

⑭

Unionspriorität:

⑮ ⑯ ⑰

⑮

Bezeichnung: Wasserlösliche Azofarbstoffe

⑯

Anmelder: BASF AG, 6700 Ludwigshafen

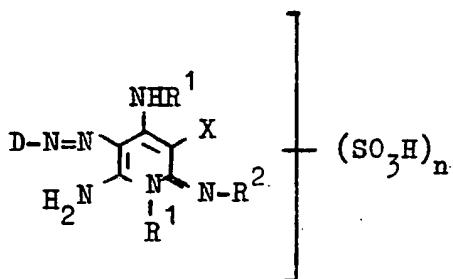
⑰

Erfinder: Dehnert, Johannes, Dipl.-Chem. Dr.; Juenemann, Werner, Dipl.-Chem. Dr.;
6700 Ludwigshafen

6700 Ludwigshafen, 8.12.1973

Wasserlösliche Azofarbstoffe

Die Erfindung betrifft Farbstoffe, die in Form der freien Säuren und in einer der möglichen tautomeren Formen der Formel I



entsprechen, in der

D den Rest einer Diazokomponente,

X Cyan oder Carbamoyl,

n die Zahlen 1 bis 4,

R¹ gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Cycloalkyl oder Aralkyl und

R² Wasserstoff oder gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Cycloalkyl, Aralkyl oder Aryl bedeuten.

2361551

Die Reste D der Diazokomponenten leiten sich insbesondere von Anilin-, Aminophthalimid- und Aminoazobenzolderivaten ab, die z. B. durch Hydroxysulfonyl, Halogen, ^{Hydroxy,} Alkyl, Alkoxy, Acylamino, Cyan, Alkylsulfon, Phenylsulfon, Nitro, Carboxyl, Carbalkoxy, Carbonamid, N-substituiertes Carbonamid, Sulfonamid, N-substituiertes Sulfonamid oder Benzthiazolyl substituiert sein können.

Einzelne Substituenten sind außer den bereits genannten beispielsweise: Chlor, Brom, Methyl, Äthyl, Trifluormethyl, Methoxy, Äthoxy, Methylsulfonyl, Äthylsulfonyl, Carbomethoxy, -äthoxy, - β -äthoxy-äthoxy, - β -methoxyäthoxy, -butoxy, - β -butoxyäthoxy, N-Methyl-, N-Äthyl-, N-Propyl-, N-Butyl-, N-Hexyl-, N- β -Äthylhexyl-, N- β -Hydroxyäthyl-, N- β -Methoxyäthyl-, N- γ -Methoxypropylcarbonamid, N,N-Dimethyl-, N,N-Diäthyl-, N-Methyl-N- β -hydroxyäthyl-, N-Phenylcarbonamid, Carbonsäure-piperidid, -morpholid oder -pyrrolidid sowie die entsprechenden Sulfonamide, Acetylamino, Propionylamino, Butyrylamino, Methansulfonylamino, Benzolsulfonylamino, Hydroxyacetylamino, Benzoylamino, p-Chlorbenzoylamino, Phenacylarnino sowie die Reste der Formeln $-\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{\text{N}}}\text{-CO-CH}_3$, $-\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{\text{N}}}\text{-CO-CH}_2\text{Cl}$,

$-\overset{\text{C}_2\text{H}_5}{\underset{\text{CH}_3}{\text{N}}}\text{-CO-CH}_3$, $-\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{\text{N}}}\text{-CHO}$ oder $-\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{\text{N}}}\text{-Cyclohex-1-en-1-yl}$

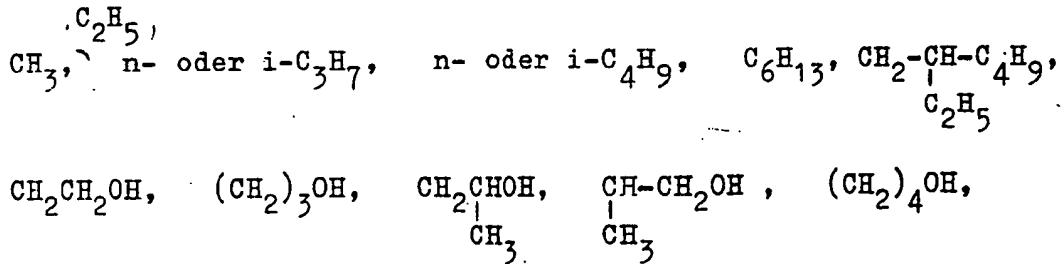
Reste R¹ der Kupplungskomponenten sind z. B. Alkyl mit 1 bis 8 C-Atomen, das noch durch Chlor, Brom oder Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert sein kann, Cyclohexyl, Norbornyl, Benzyl, Phenyläethyl oder Phenylpropyl.

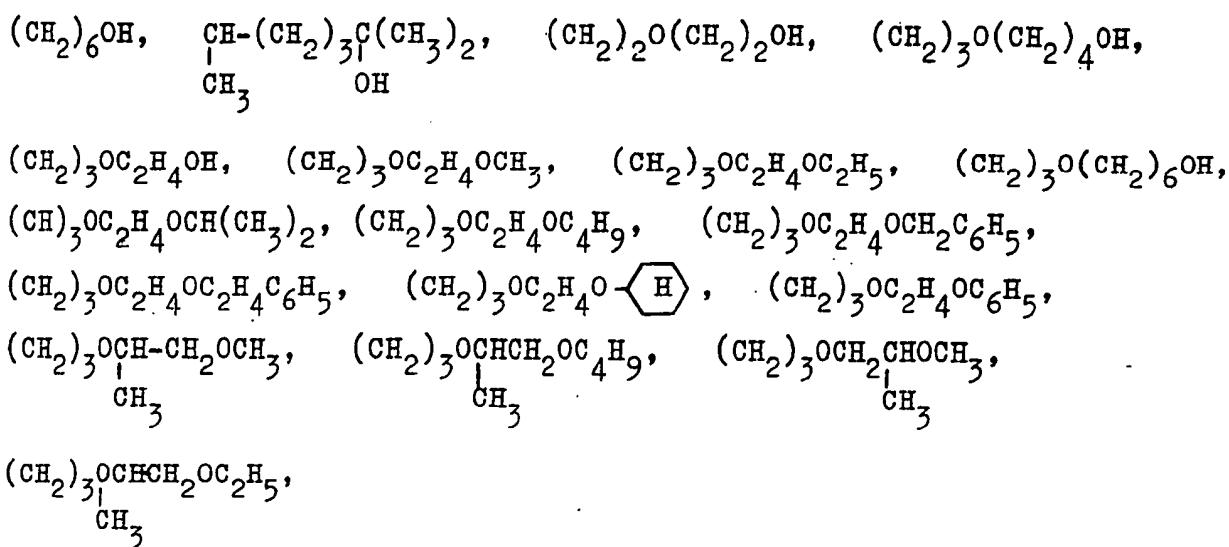
Bevorzugte Reste R¹ sind Alkylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen und insbesondere Äethyl, Propyl, Methoxyäethyl oder Methoxypropyl.

Reste R² sind neben Wasserstoff z. B. Alkyl mit 1 bis 8 C-Atomen, das durch Sauerstoffatome unterbrochen und durch Hydroxy, Acyloxy, Alkoxy, Cyan, Cycloalkoxy, Aralkoxy oder Aroxy substituiert sein kann, gegebenenfalls durch Hydroxy, Chlor, Hydroxyalkyl, Chloralkyl oder Alkyl substituierte Cycloalkyl- oder Polycycloalkylreste mit 5 bis 15 C-Atomen, Aralkylreste mit 7 bis 15 C-Atomen oder gegebenenfalls durch Chlor, Hydroxy, Alkoxy, Alkyl, Hydroxyalkyl oder Hydroxyalkoxy substituierte Phenylreste sowie Alkenyl-, Pyrrolidonylalkyl- und Carboxyalkylreste.

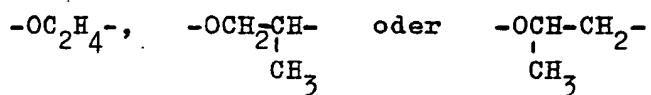
Als Reste R² kommen im einzelnen außer den schon genannten z. B. in Betracht:

1) gegebenenfalls substituierte Alkylreste:

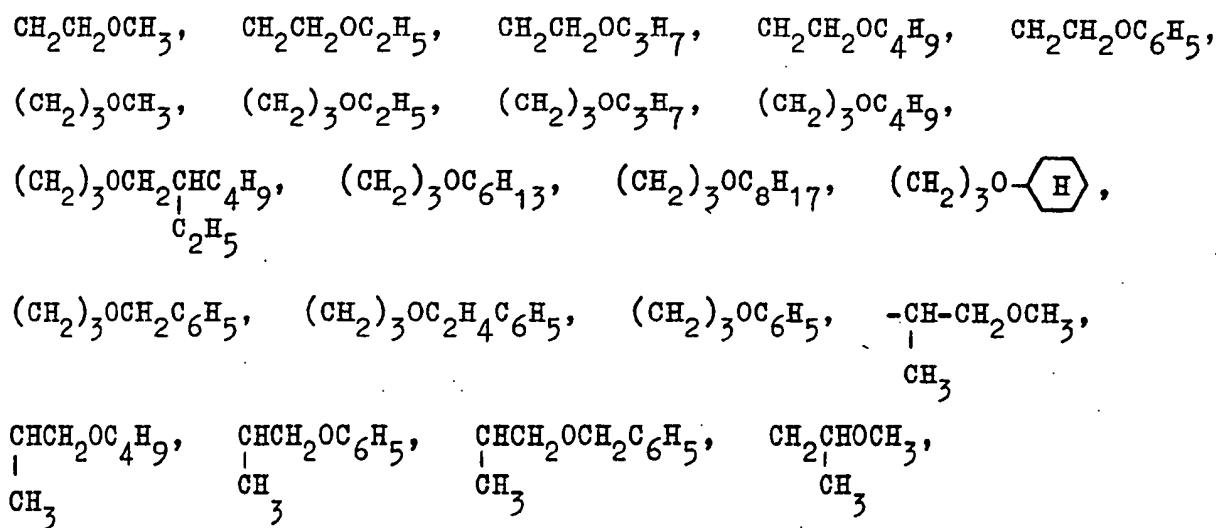




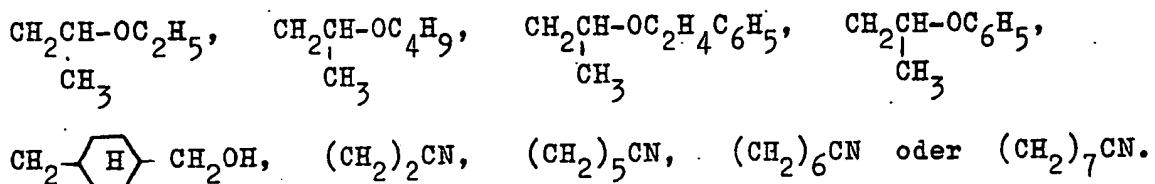
die entsprechenden Reste bei denen die Gruppierungen



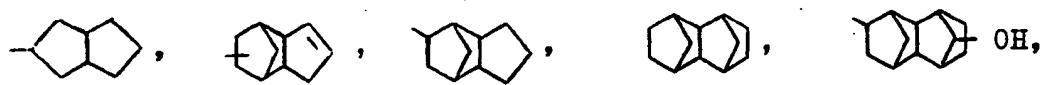
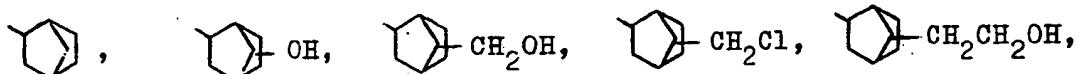
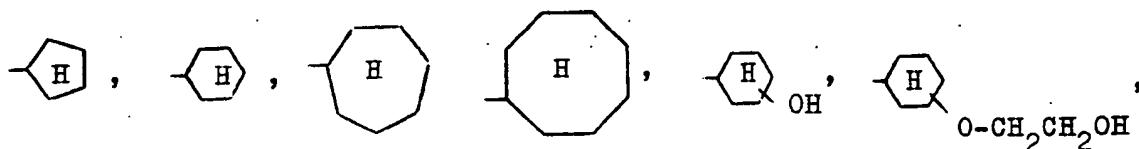
zwei-, drei- oder viermal vorhanden sind,



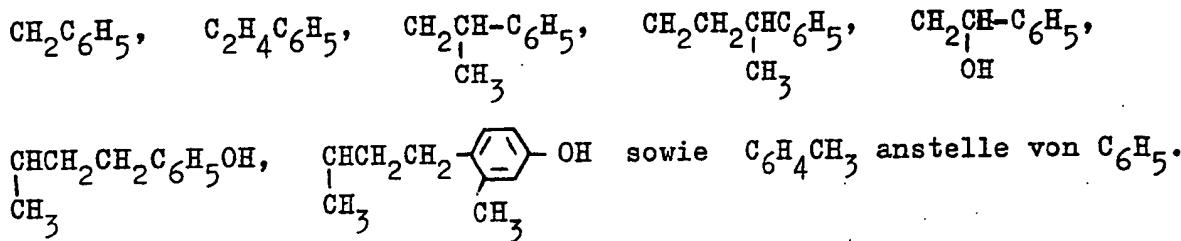
2361551



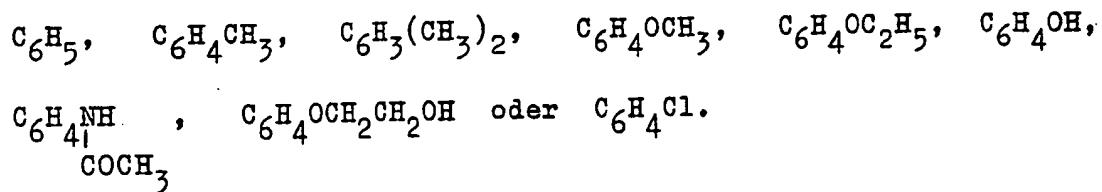
2) gegebenenfalls substituierte Cyclo- und Polycycloalkylreste:



3) Aralkylreste



4) gegebenenfalls substituierte Phenylreste:

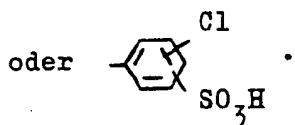
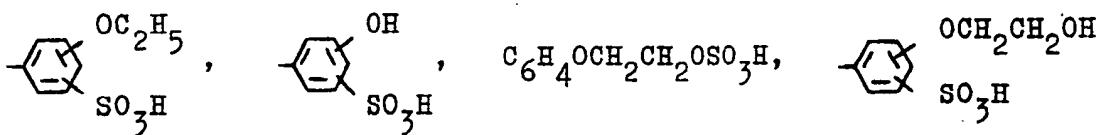
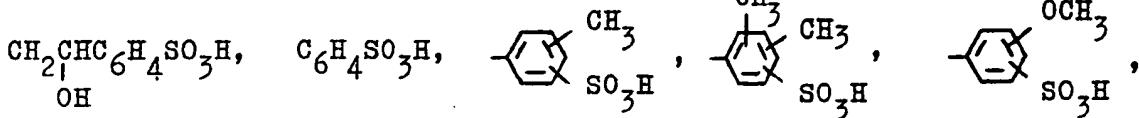
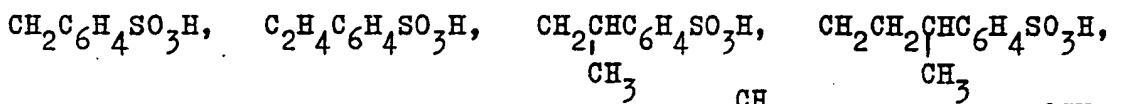
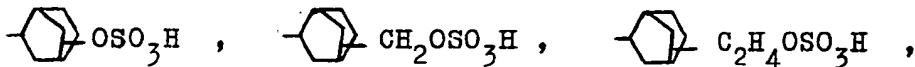
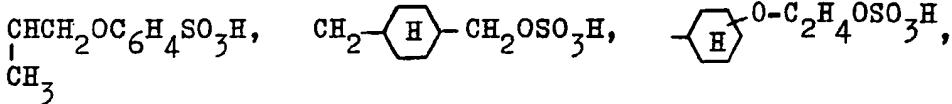
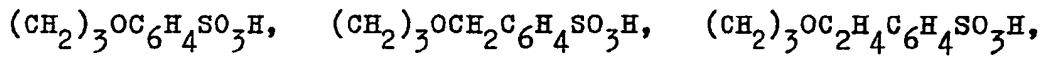
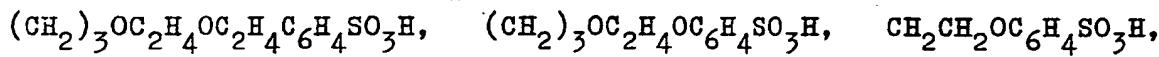
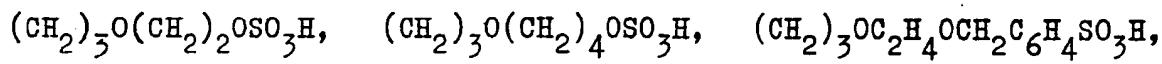
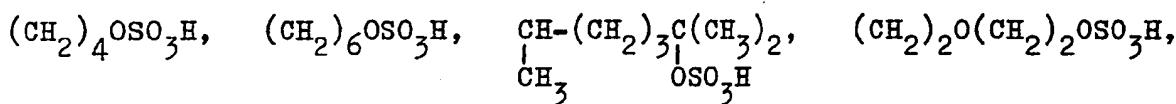
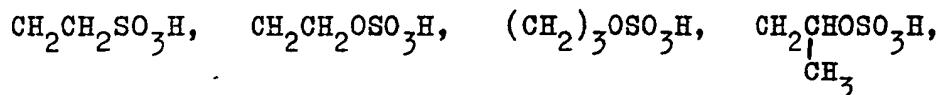


2361551

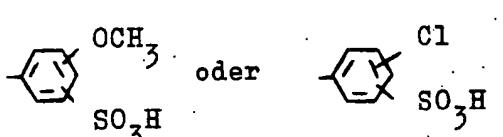
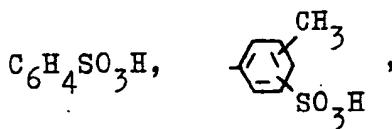
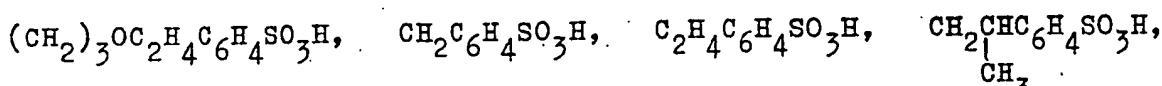
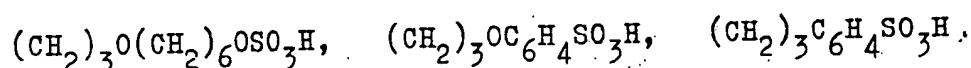
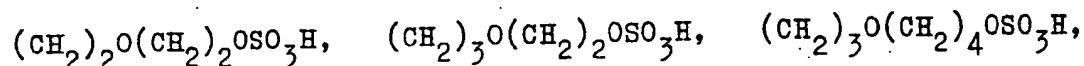
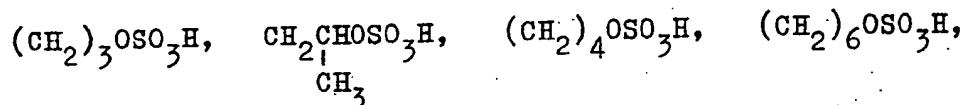
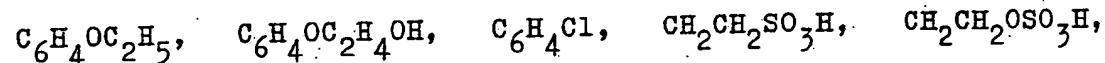
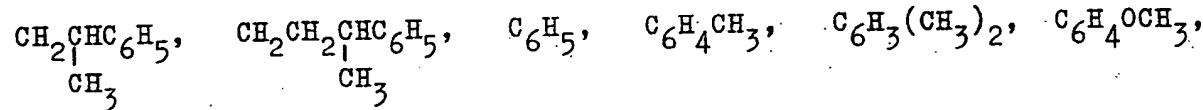
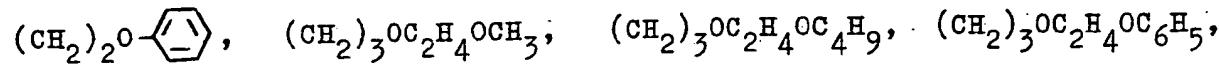
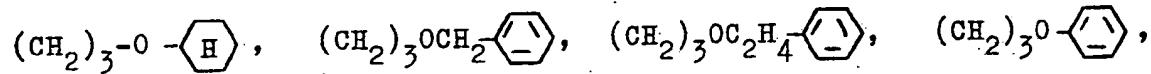
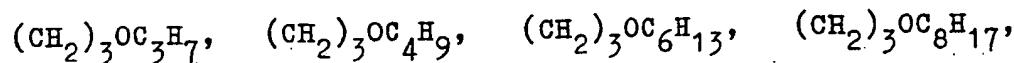
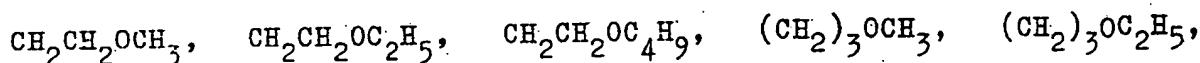
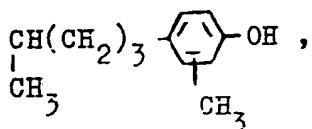
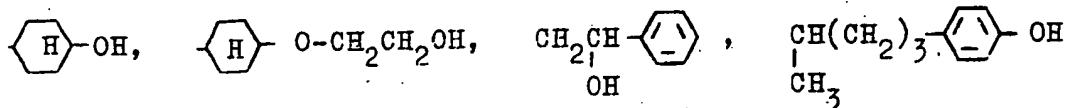
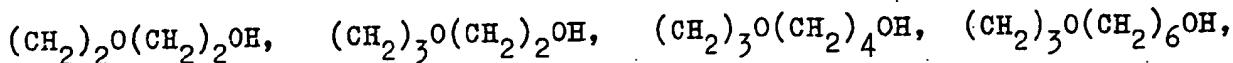
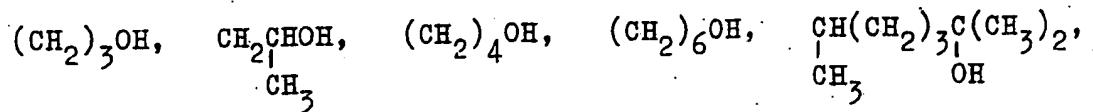
5) $\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$, $(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$, $(\text{CH}_2)_5\text{COOH}$ und $(\text{CH}_2)_n-\text{N}$ 

$n = 2, 3, 4$ oder 6 ist, $\text{C}_2\text{H}_4\text{OCOCH}_3$, $\text{C}_2\text{H}_4\text{OCHO}$, $\text{C}_2\text{H}_4\text{OCOCH}_2\text{COCH}_3$, $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_2\text{COCH}_3$, $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_2\text{CHO}$, $(\text{CH}_2)_3\text{OCOCH}_3$, $(\text{CH}_2)_3\text{OCHO}$, $\text{C}_2\text{H}_4\text{OCOC}_2\text{H}_4\text{COOH}$.

SO_3^{H} -gruppenhaltige Rest R^2 sind außer SO_3^{H} beispielsweise:



Als Substituenten R² sind bevorzugt beispielsweise: Wasserstoff,

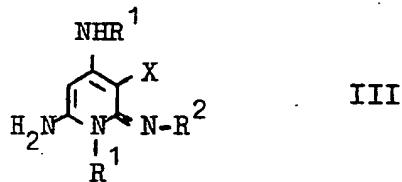


Die Farbstoffe der Formel I können in Form der freien Säuren oder auch zweckmäßigerweise als wasserlösliche Salze, z. B. als Alkali-, Ammonium- oder substituierte Ammoniumsalze, hergestellt oder verwendet werden. Substituierte Ammoniumkationen in den Salzen sind beispielsweise Trimethylammonium, Methoxyäthyl-ammonium, Hexoxypropyl-ammonium oder Dimethyl-phenyl-benzyl-ammonium, Mono-, Di- oder Triäthanol-ammonium.

Zur Herstellung der Farbstoffe der Formel I kann man Diazoverbindungen von Aminen der Formel II



mit Kupplungskomponenten der Formel III



umsetzen, wobei normalerweise entweder D und/oder die Reste R¹ und vorzugsweise R² mindestens eine Sulfonsäuregruppe enthalten. Diazotierung und Kupplung erfolgen nach an sich bekannten Methoden. Man kann die neuen Farbstoffe, insbesondere solche mit Schwefelsäurehalbestergruppen, auch dadurch erhalten, daß man zunächst die SO₃H-Gruppen-freien Verbindungen durch Diazotierung und Kupplung herstellt und diese dann mit Sulfoniermitteln wie konzentrierter Schwefelsäure, Schwefelsäuremonohydrat oder Oleum in die Farbstoffe der Formel I überführt. Bezuglich der Einzelheiten wird

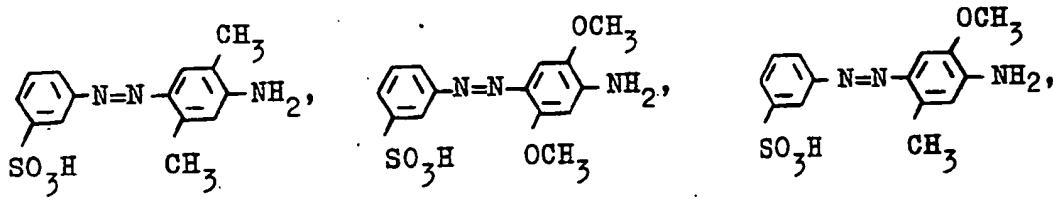
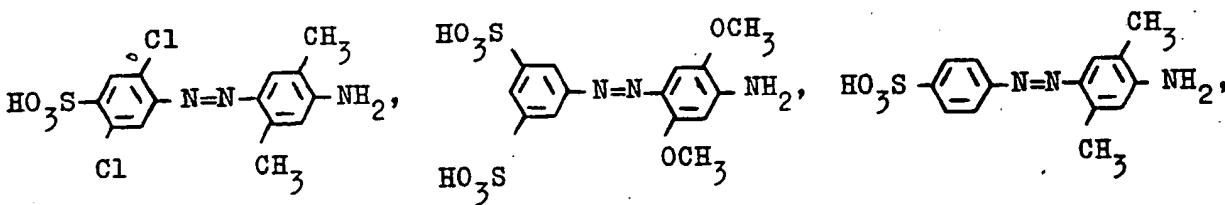
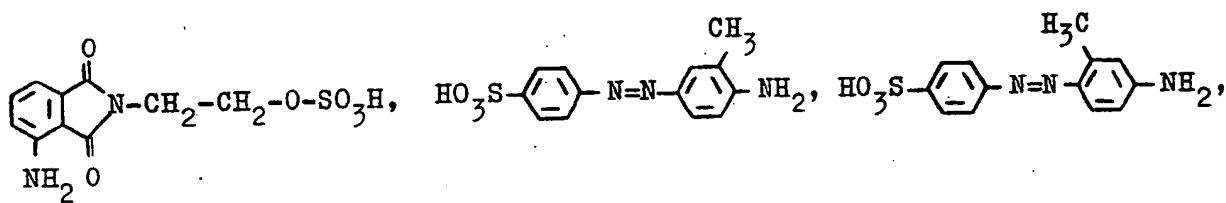
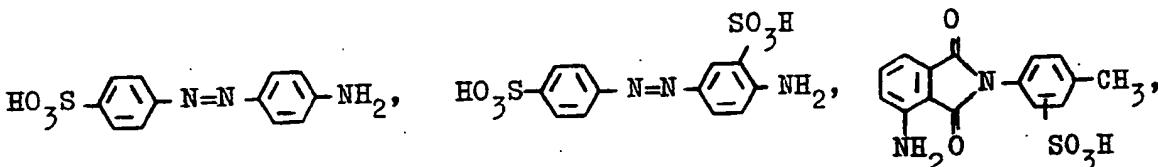
auf die Beispiele verweisen. Kupplungskomponenten der Formel III und ihre Herstellung sind aus dem Patent (Patentanmeldung P 23 49 373.4) sowie aus der Angew. Chemie 84, 1184-1185 (1972) bekannt.

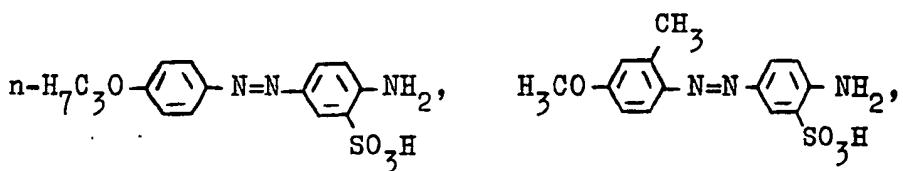
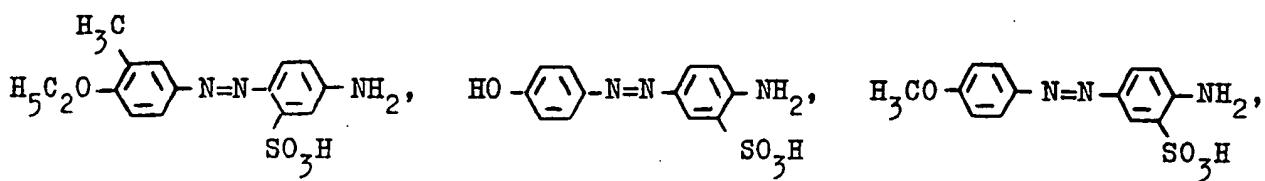
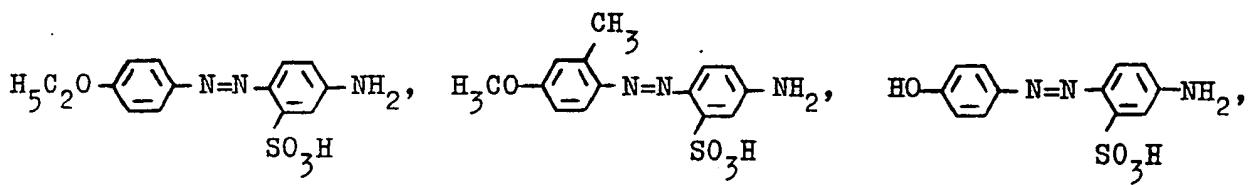
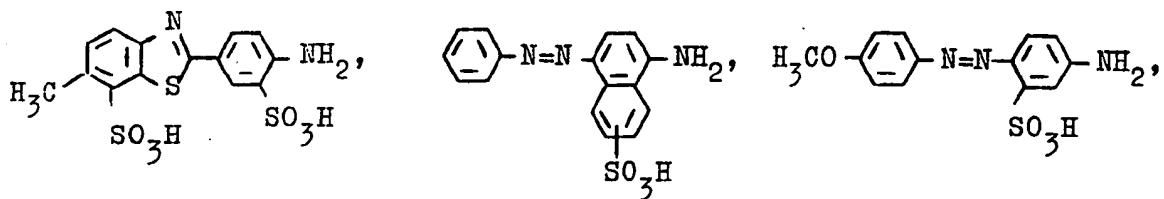
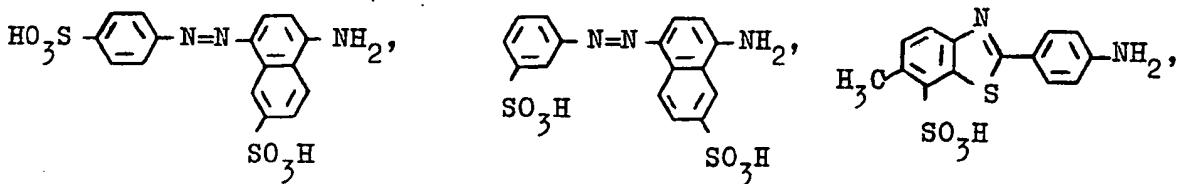
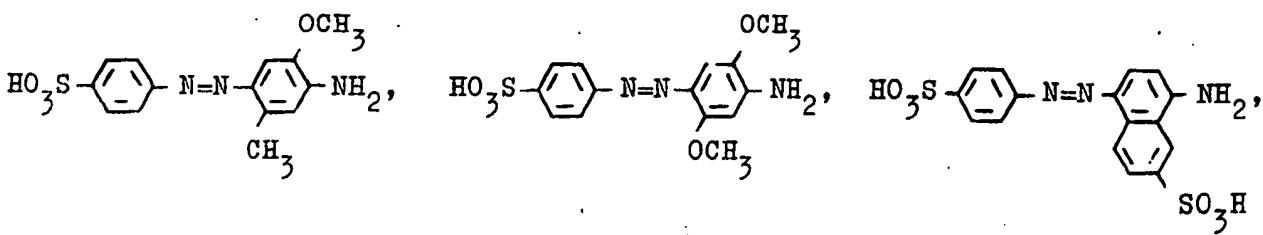
Verbindungen der Formel II sind beispielsweise: Anilin, 2-, 3- und 4-Chlor-anilin, 2-, 3- und 4-Bromanilin, 2-, 3- und 4-Nitroanilin, 2-, 3- und 4-Toluidin, 2-, 3- und 4-Cyananilin, 2,4-Dicyan-anilin, 3,4- oder 2,5-Dichlor-anilin, 2,4,5-Trichloranilin, 2,4,6-Trichlor-anilin, 2-Chlor-4-nitroanilin, 2-Brom-4-nitroanilin, 2-Cyan-4-nitro-anilin, 2-Methylsulfonyl-4-nitroanilin, 4-Chlor-2-nitroanilin, 4-Methyl-2-nitroanilin, 2-Methoxy-4-nitroanilin, 1-Amino-2-trifluor-methyl-4-chlorbenzol, 2-Chlor-5-amino-benzonitril, 2-Amino-5-chlor-benzonitril, 1-Amino-2-nitrobenzol-4-sulfonsäure-(n)-butylamid oder - β -methoxy-äthylamid, 1-Aminobenzol-4-methylsulfon, 1-Amino-2,6-di-brombenzol-4-methylsulfon, 1-Amino-2,6-dichlorbenzol-4-methylsulfon, 3,5-Dichloranthranilsäure-methylester, -propylester, - β -methoxyäthyl-ester, -butylester, 3,5-Dibromanthranilsäure-methylester, -äthyl-ester, -(n)- oder -(i)-propylester, -(n)- oder (i)-butylester, - β -methoxy-äthylester, N-Acetyl-p-phenylenediamin, N-Acetyl-m-phenylen-diamin, N-Benzolsulfonyl-p-phenylenediamin, 4-Amino-acetophenon, 4- oder 2-Aminobenzophenon, 2- und 4-Amino-diphenylsulfon, 2-, 3- oder 4-Aminobenzoesäure-methylester, -äthylester, -propylester, -butyl-ester, -isobutylester, - β -methoxyäthylester, - β -äthoxyäthylester,

-methyldiglykolester, -äthyldiglykolester, -methyl-triglykolester,
3- oder 4-Aminophthalsäure, 5-Amino-isophthalsäure- oder Amino-
terephthalsäuredimethylester, -diäthylester, -dipropylester, -di-
butylester, 3- oder 4-Aminobenzoesäureamid, -methylamid, -propyl-
amid, -butylamid, -isobutylamid, -cyclohexylamid, β -äthyl-hexyl-
amid, - γ -methoxy-propylamid, 2-, 3- oder 4-Aminobenzoesäure-dime-
thylamid, -diäthylamid, -pyrrolidid, -morpholid, 5-Amino-isophthal-
säurediamid, 3- oder 4-Amino-phthalsäure-imid, - β -hydroxy-
äthylimid, -methylimid, -äthylimid, -tolylimid, 4-Aminobenzol-
sulfonsäure-dimethylamid, -diäthylamid, -pyrrolidid, -morpholid,
3- oder 4-Aminophthalsäure-hydrazid, 4-Amino-naphthalsäure-äthyl-
imid, -butylimid, -methoxyäthylimid, 1-Amino-anthrachinon, 4-Amino-
diphenylenoxid, 2-Amino-benzthiazol, 4- und 5-Nitronaphthylamin,
4-Amino-azobenzol, 2',3-Dimethyl-4-amino-azobenzol, 3',2-Dimethyl-
4-amino-azobenzol, 2,5-Dimethyl-4-amino-azobenzol, 2-Methyl-5-
methoxy-4-amino-azobenzol, 2-Methyl-4',5-dimethoxy-4-amino-azo-
benzol, 4'-Chlor-2-methyl-5-methoxy-4-amino-azobenzol, 4'-Nitro-
2-methyl-5-methoxy-4-aminoazobenzol, 4'-Chlor-2-methyl-4-amino-azo-
benzol, 2,5-Dimethoxy-4-amino-azobenzol, 4'-Chlor-2,5-dimethoxy-
4-amino-azobenzol, 4'-Nitro-2,5-dimethoxy-4-aminoazobenzol, 4'-Chlor-
2,5-dimethyl-4-amino-azobenzol, 4'-Methoxy-2,5-dimethyl-4-amino-
azobenzol, 4'-Nitro-4-amino-azobenzol, 3,5-Dibrom-4-amino-azobenzol,
2,3'-Dichlor-4-amino-azobenzol, 3-Methoxy-4-amino-azobenzol, 1-Amino-
benzol-2-, -3- oder -4-sulfonsäure, 1-Aminobenzol-2,4- oder -2,5-

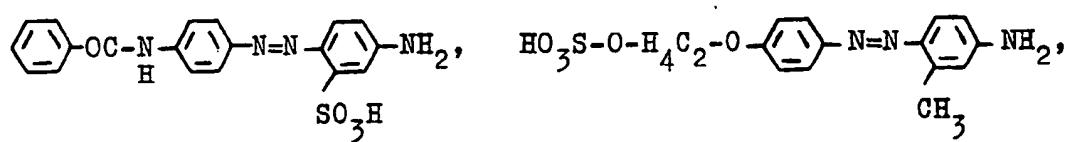
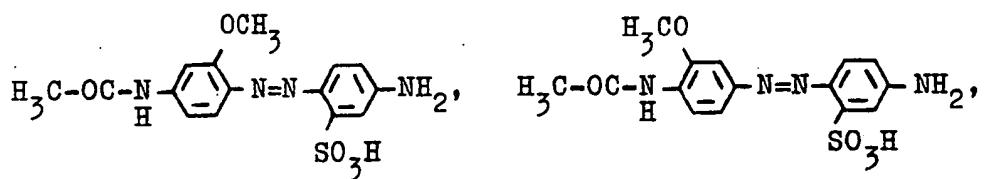
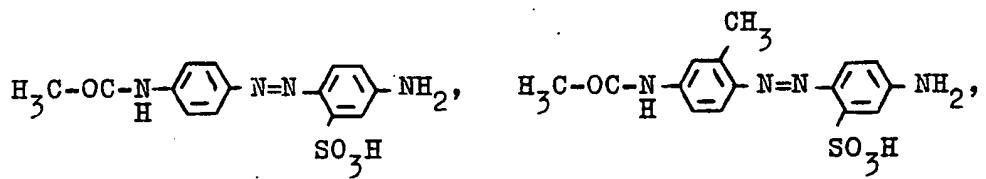
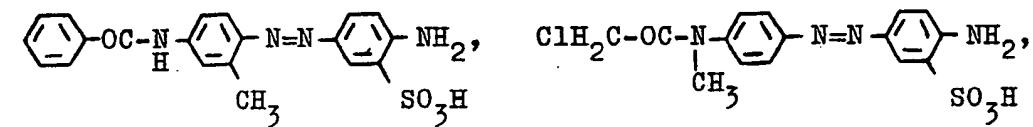
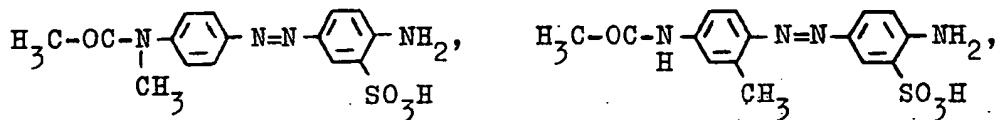
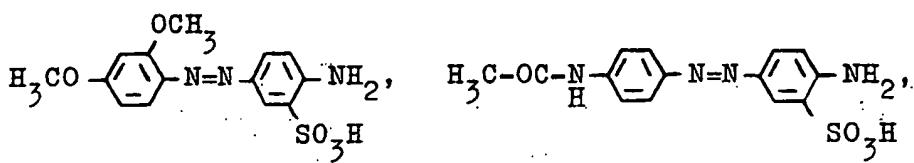
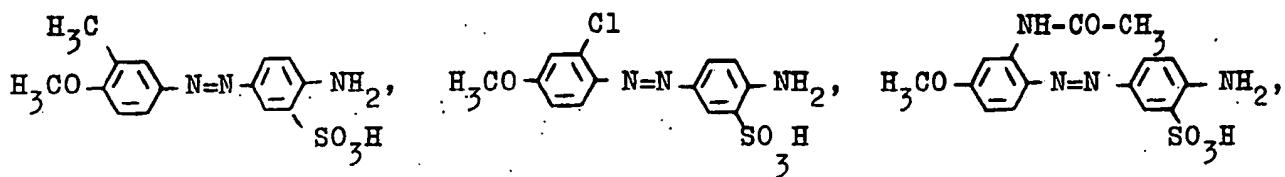
2361551

disulfonsäure, 1-Amino-2-methylbenzol-4-sulfonsäure, 1-Amino-3-methylbenzol-4-sulfonsäure, 1-Amino-4-methylbenzol-2- oder -3-sulfonsäure, 2-Nitranilin-4-sulfonsäure, 4-Nitranilin-2-sulfonsäure, 2-Chloranilin-4- oder -5-sulfonsäure, 3-Chloranilin-6-sulfon-4-Chloranilin-2-sulfonsäure, 1-Amino-3,4-dichlorbenzol-6-sulfonsäure, 1-Amino-2,5-dichlorbenzol-4-sulfonsäure, 1-Amino-4-methyl-5-chlorbenzol-2-sulfonsäure, 1-Amino-3-methyl-4-chlorbenzol-6-sulfonsäure, 2-Amino-4-sulfobenzoësäure, 1-Amino-4-acetaminobenzol-2-sulfonsäure, 1-Amino-5-acetaminobenzol-2-sulfonsäure, 1-Amino-2-methoxy-4-nitrobenzol-5-sulfonsäure, 1-Aminoanthrachinon-2-sulfonsäure, 1-Aminonaphthalin-2- oder -4-sulfonsäure, 2-Aminonaphthalin-1-sulfonsäure, sowie die Diazokomponenten der Formeln





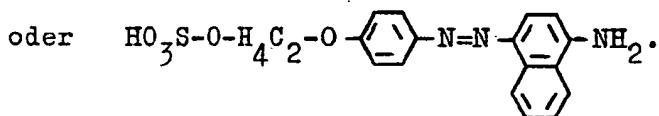
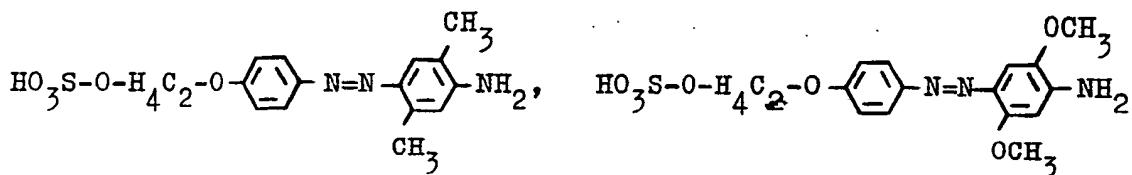
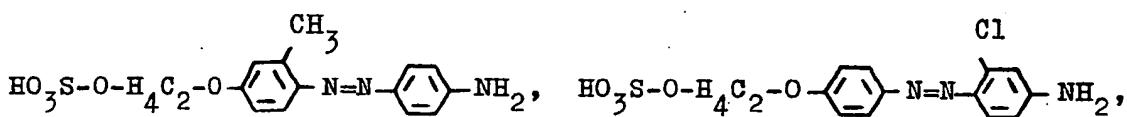
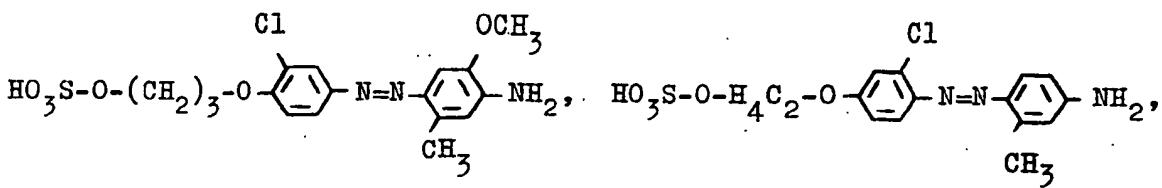
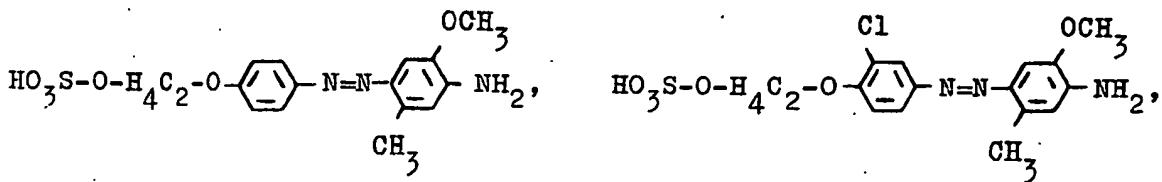
2361551



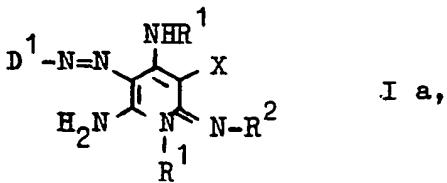
509825 / 0994

- 14 -

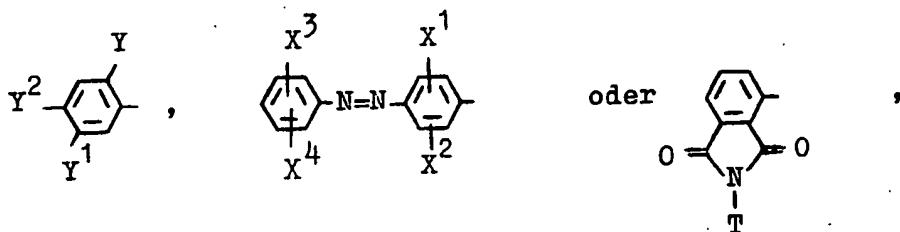
2361551



Von besonderer technischer Bedeutung sind Farbstoffe der Formel I a



in der D¹ einen Rest der Formel



X⁴ Wasserstoff oder SO₃H,

X Cyan oder Carbamoyl,

Y Wasserstoff, Cyan, Chlor, Brom, Methylsulfon, Äthylsulfon, Phenylsulfon, Carbalkoxy oder SO₃H,

Y¹ Wasserstoff, Chlor, Brom oder SO₃H,

Y² Wasserstoff, Chlor, Brom, Methyl, Carbalkoxy, 2-Benzthiazolyl oder SO₃H,

X³ Wasserstoff, Methyl, Hydroxy, Methoxy oder SO₃H,

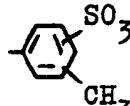
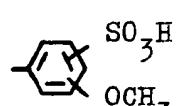
X¹ Wasserstoff, Methyl, Methoxy oder SO₃H,

X² Wasserstoff, Methyl oder Methoxy und

T Wasserstoff oder einen Substituenten bedeuten und

R¹ und R² die angegebene Bedeutung haben.

Bevorzugte Reste für T sind Alkylreste mit 2 bis 8 C-Atomen, die durch Sauerstoff unterbrochen und durch Hydroxy, Phenoxy oder OSO₃H substituiert sein können, Benzyl, durch SO₃H substituiertes Benzyl, Phenyläthyl, durch SO₃H substituiertes Phenyläthyl oder gegebenenfalls durch SO₃H und/oder andere Reste substituiertes Phenyl.

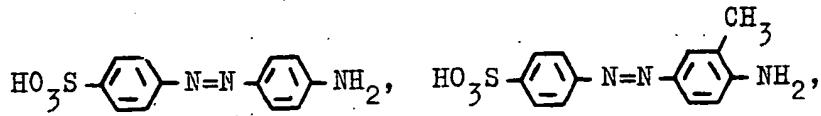
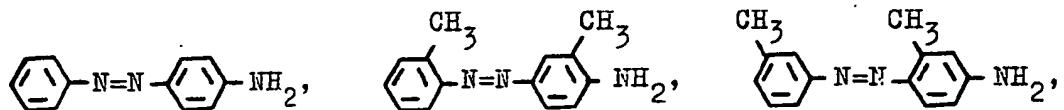
Reste T sind beispielsweise: CH_3 , C_2H_5 , C_3H_7 , C_4H_9 , C_6H_{13} ,
 $\text{CH}_2\underset{\text{C}_2\text{H}_5}{\text{CH}}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, $(\text{CH}_2)_3\text{OH}$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$,
 $(\text{CH}_2)_3\text{O}(\text{CH}_2)_4\text{OH}$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}_6\text{H}_5$, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{H}$, $(\text{CH}_2)_3\text{OSO}_3\text{H}$,
 $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{H}$, $(\text{CH}_2)_3\text{O}(\text{CH}_2)_4\text{OSO}_3\text{H}$, $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$,
 $\text{C}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_5$, $\text{C}_2\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$, C_6H_5 , $\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$,  oder


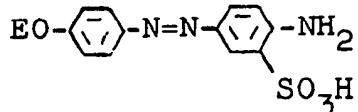
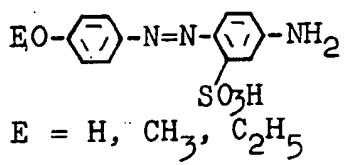
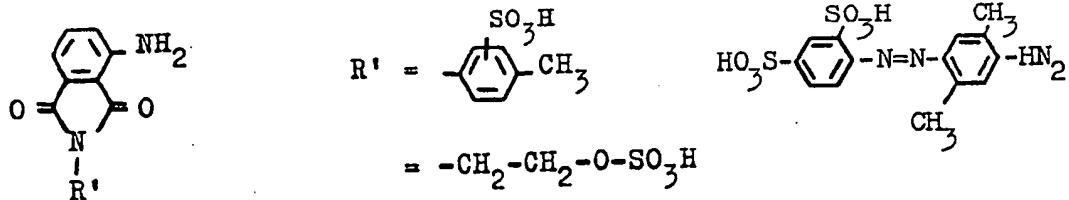
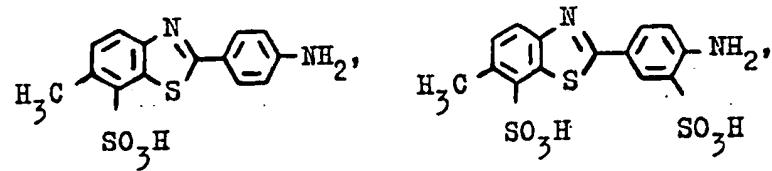
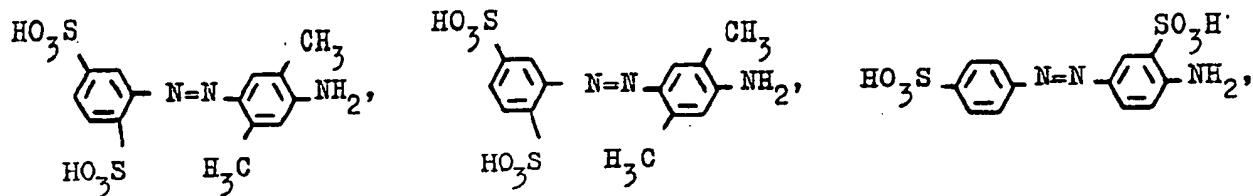
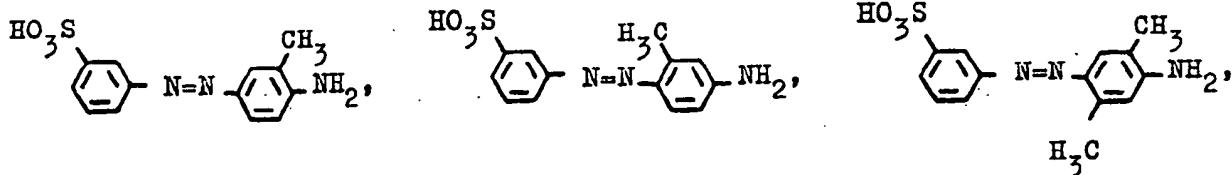
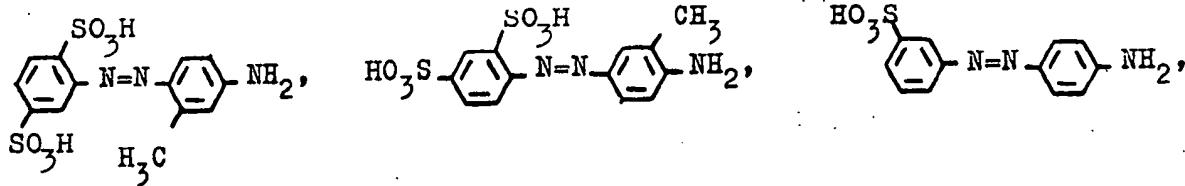
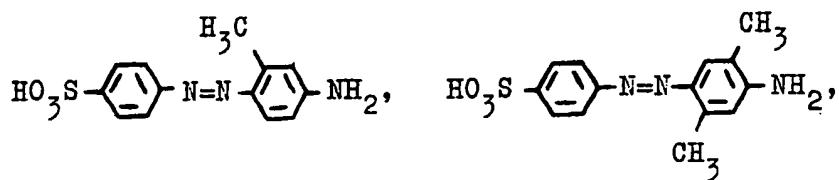
Bevorzugte Reste für R^2 sind Alkylreste mit 1 bis 8 C-Atomen, die durch Sauerstoff unterbrochen und durch Hydroxy, Phenoxy, Benzoyloxy oder OSO_3H substituiert sein können, Benzyl, Phenäthyl, durch SO_3H substituiertes Benzyl oder Phenäthyl, gegebenenfalls substituierte Phenyl- oder Hydroxysulfonylreste oder Wasserstoff. Die neuen Farbstoffe enthalten vorzugsweise 1 oder 2 Sulfonsäuregruppen, X ist vorzugsweise Cyan.

Bevorzugte Diazokomponenten sind beispielsweise:

2-, 3- und 4-Amino-benzoësäure-methylester, -äthylester, -(n) und -(i)-propylester, - β -methoxyäthylester, 2-Amino-3,5-dichlor-benzoësäure-methylester, -äthylester, -(i)-propylester, 2-Amino-3,5-dibrombenzoësäure-methylester, -äthylester, - β -methoxy-äthylester, 3-Brom-4-amino-benzoësäure-äthylester, Aminoterephthalsäurediäthylester,

2-Amino-benzonitril, 2,4-Dicyan-anilin, 2-Amino-5-chlor-benzonitril,
 2-Amino-5-brom-benzonitril, 2-Amino-3-brom-5-chlor-benzonitril, 2-
 Amino-3,5-dibrom-benzonitril, 2-Amino-3,5-dichlor-benzonitril, 2-
 Amino-1-trifluormethyl-benzol, 2-Amino-5-chlor-trifluormethylbenzol,
 4-Aminobenzol-1-methylsulfon, 3-Chlor-4-aminobenzol-1-methylsulfon,
 2-Amino-diphenylsulfon, 4-Amino-diphenylsulfon, 3- und 4-Amino-
 phthalsäure-β-hydroxyäthylimid, 3- und 4-Aminophthalsäure-β-methoxy-
 äthylimid, 3- und 4-Aminophthalsäure-butylimid, -tolylimid, 1-Amino-
 4-nitrobenzol, 1-Amino-4-acetylamino-benzol, 1-Amino-3-acetylamino-
 benzol, 4-Amino-benzoësäure-amid, 4-Amino-benzoësäure-N-methylamid,
 -N-butylamid, -N-β-äthylhexylamid, 4-Amino-benzoësäure-N,N-diäthyl-
 amid, 3- und 4-Amino-benzolsulfonsäureamid, 3- und 4-Aminobenzol-
 sulfonsäure-N-butylamid, 3- und 4-Amino-benzolsulfonsäure-morpholid,
 2-Chlor-anilin-4- oder -5-sulfonsäure, 3-Chlor-anilin-6-sulfonsäure,
 4-Chlor-anilin-2-sulfonsäure, 1-Amino-3,4-dichlorbenzol-6-sulfon-
 säure, 1-Amino-2,5-dichlorbenzol-4-sulfonsäure, 1-Amino-2,5-dibrom-
 benzol-4-sulfonsäure, 1-Amino-4-methyl-5-chlorbenzol-2-sulfonsäure,
 1-Amino-3-methyl-4-chlorbenzol-6-sulfonsäure und die Amine der Formeln





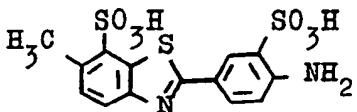
2361551

Die neuen Farbstoffe sind gelb bis violett und eignen sich zum Färben von natürlichen und synthetischen Polyamiden, wie Wolle, Seide, Nylon 6 oder Nylon 6,6. Man erhält damit brillante Färbungen mit vorzüglichen Echtheiten.

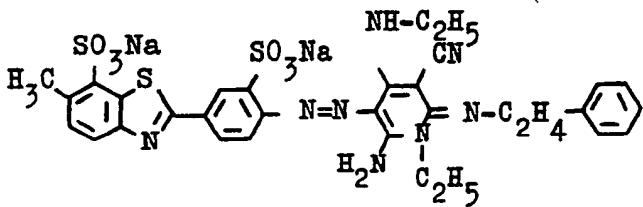
In den folgenden Beispielen beziehen sich Angaben über Teile und Prozente, sofern nicht anders vermerkt, auf das Gewicht.

Beispiel 1

40 Teile der Diazokomponente der Formel



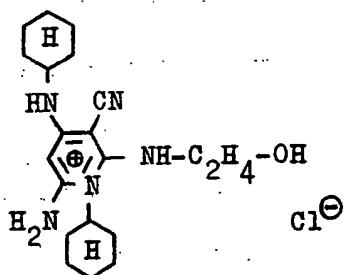
werden in 750 Teilen Wasser heiß gelöst, filtriert, mit 30 Teilen einer 23 %igen Natriumnitritlösung, 500 Teilen Eis und anschließend mit 40 Teilen konzentrierter Salzsäure versetzt. Man röhrt 2 Stunden bei 0 - 5 °C nach und gibt dann bei der gleichen Temperatur eine Lösung von ungefähr 38 Teilen 6-Amino-3-cyan-4-ethylamino-2-(2-phenyl)-ethylamino-1-ethylpyridiniumchlorid (50 %ig) in 300 Teilen N-Methylpyrrolidon-(2) und 75 Teilen Salzsäure zu. Das Kuppungsgemisch wird mit 50 %iger Natriumacetatlösung auf einen pH-Wert von 4 abgestumpft und der ausgefallene Farbstoff der Formel



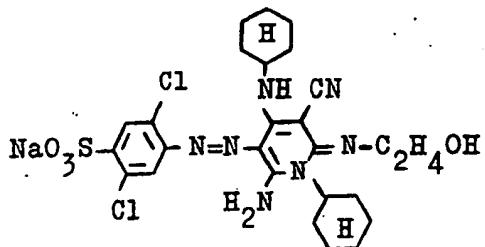
abgesaugt. Das getrocknete rote Pulver färbt Polycaprolactamgewebe orangefarben mit sehr guten Echtheiten.

Beispiel 2

36,9 Teile 6-Amino-2-chlor-3-cyan-4-cyclohexylamino-1-cyclohexylpyridiniumchlorid werden mit 50 Teilen 2-Hydroxyäthylamin 5 Stunden auf 130 °C erhitzt. Man lässt abkühlen und röhrt in 200 Teile Eiswasser ein. Das halbkristallin anfallende Produkt wird abgetrennt und getrocknet. Man erhält ungefähr 40 Teile einer klebrigen Substanz der Formel



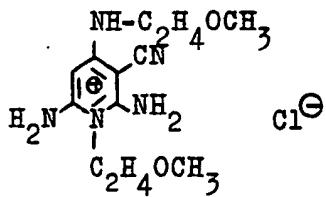
43,1 Teile des so gewonnenen Produktes werden in 300 Teilen N-Methylpyrrolidon-(2), 60 Teilen Salzsäure und 150 Teilen Wasser gelöst und bei 0 - 5 °C zu einer auf übliche Weise in salzsaurer, wässriger Lösung dargestellte Diazoniumsalzlösung ausgehend von 24,2 Teilen 4-Amino-2,5-dichlorbenzolsulfonsäure gegeben. Nach beendeter Kupplung stellt man mit 50 %iger Natriumacetatlösung den pH-Wert auf etwa 4 ein und saugt den ausgesunkenen Farbstoff der Formel



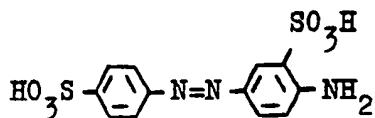
ab. Nach dem Trocknen erhält man etwa 66 Teile eines orangefarbenen Pulvers, das Polycaprolactamgewebe gelb mit vorzülichen Echtheiten anfärbt.

Beispiel 3

32,1 Teile 6-Amino-2-chlor-3-cyan-4-(2-methoxy)-äthylamino-1-(2-methoxy)äthyl-pyridiniumchlorid werden in 400 Teilen mit Ammoniak bei etwa 20 °C gesättigtem Alkohol 10 Stunden bei 160 - 170 °C im Autoklaven erhitzt. Man lässt abkühlen und evaporiert die Suspension. Der Rückstand wird aus Xylol umkristallisiert. Man erhält ungefähr 15 Teile einer farblosen Substanz vom Schmelzpunkt 130 °C mit der Formel

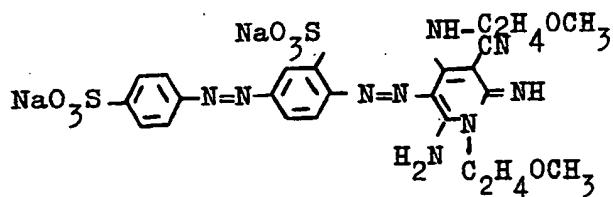


35,7 Teile der Diazokomponente der Formel



509825/0994

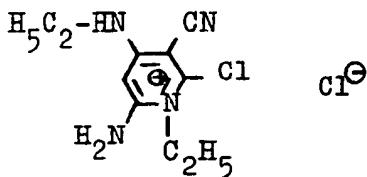
werden in 100 Teilen Wasser gelöst, filtriert, mit 30 Teilen einer 23 %igen Natriumnitritlösung versetzt und bei 0 - 5 °C auf ein Gemisch von 30 Teilen konzentrierter Salzsäure und 150 Teilen Eis gegeben. Man röhrt 2 Stunden nach bei 0 - 5 °C und zerstört anschließend einen etwa vorhandenen Überschuß an salpetriger Säure auf übliche Weise. Dann setzt man bei 0 - 5 °C eine Lösung von 33,2 Teilen der oben angegebenen Kupplungskomponente in 300 Teilen N,N-Dimethylformamid zu. Das Kupplungsgemisch wird mit 50 %iger Natriumacetatlösung auf einen pH-Wert von etwa 4 abgestumpft. Nach beendeter Kupplung wird der entstandene Farbstoff der Formel



abfiltriert. Nach dem Trocknen erhält man ungefähr 65 Teile eines dunklen Pulvers, das sich in Wasser mit rotvioletter Farbe löst und bei der Ausfärbung auf Polycaprolactamgewebe rote Färbungen mit sehr guten Echtheiten liefert.

Beispiel 4

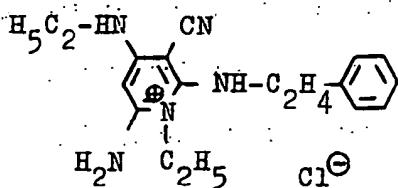
11,2 Teile Cyanessigsäureäthylamid werden in 16,8 Teilen Chloroform mit 15,3 Teilen Phosphoroxytrichlorid 2 Stunden zum Sieden erhitzt. Danach destilliert man unter verminderter Druck ungefähr 11,2 Teile Chloroform ab und versetzt das zurückgebliebene Gemisch mit 8 Teilen Methanol. Das ausgefallene Produkt der Formel



wird abgesaugt, mit wenig Methanol gewaschen und bei 60 °C getrocknet. Ausbeute ungefähr 7,7 Teile. Die farblosen Kristalle schmelzen bei 207 °C (Zers.). Eine Reinigung ist durch Umkristallisieren aus n-Butanol möglich; Fp. 228 bis 230 °C (Zers.)

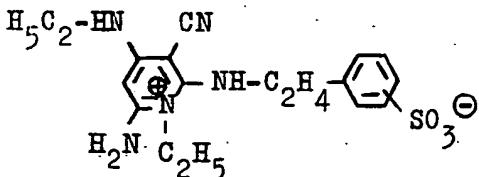
26,1 Teile 6-Amino-2-chlor-3-cyan-1-äthyl-4-äthylaminopyridiniumchlorid und 36,5 Teile β-Phenyläthylamin werden 5 Stunden auf 150 °C erhitzt. Nach dem Abkühlen wird das Gemisch in 100 Teile Methanol gegeben und das überschüssige Amin durch Einleiten von Chlorwasserstoff als Hydrochlorid gefällt. Der Niederschlag wird

abgesaugt und die Mutterlauge evaporiert. Es bleibt ein zäher Brei zurück, der beim Trocknen erstarrt (32 Teile). Das Produkt hat die wahrscheinliche Formel



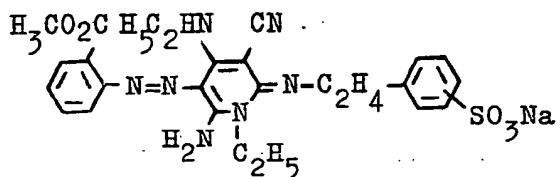
und besitzt keinen scharfen Schmelzpunkt (100 - 157 °C).

34,6 Teile 6-Amino-3-cyan-1-äthyl-4-äthylamino-2-(2-phenyl)-äthylaminopyridiniumchlorid werden mit wenig Chloroform angepastet und bei 30 °C in 90 g 23 %iges Oleum eingerührt. Man röhrt 3 - 4 Stunden bei 30 - 40 °C, gießt dann das Reaktionsgemisch auf ca. 500 Teile Eis und saugt das überwiegend entstandene Produkt der Formel



ab. Zu der auf 0 - 5 °C abgekühlten Lösung oder Suspension der beschriebenen sulfierten Kupplungskomponente in etwa 400 Teilen Wasser und 10 Teilen 30 %iger Salzsäure gibt man unter Röhren das Diazoniumsalzgemisch zu, welches man auf übliche Weise aus

13,6 Teilen Anthranilsäuremethylester in 270 Teilen Wasser und 23 Teilen konzentrierter Salzsäure durch Zugabe von 27 Teilen einer 23 %igen Natriumnitritlösung bei 0 - 5 °C gewinnt. Man läßt das Gemisch 30 Minuten bei 0 - 5 °C röhren und setzt dann ^{at} Natriumacetatlösung zu, bis der pH-Wert des Kupplungsgemisches etwa 3 beträgt. Nach beendeter Kupplung setzt man noch etwa 100 Teile Kochsalz zu, röhrt das Gemisch 2 Stunden und filtriert den ausgefallenen Farbstoff der Formel

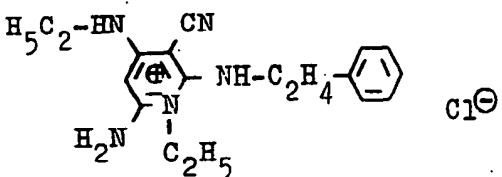


ab.

Man erhält nach dem Trocknen ein orangerotes Pulver, das sich in Wasser mit gelber Farbe löst und auf Polycaprolactamfasern klare und echte Gelbtöne ergibt.

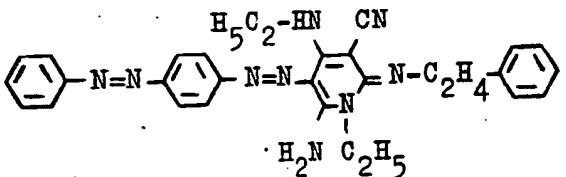
Beispiel 5

26,1 Teile 6-Amino-2-chlor-3-cyan-1-äthyl-4-äthylaminopyridiniumchlorid und 47,4 Teile β -Phenyläthylamin werden 5 Stunden auf 150 °C erhitzt. Man gießt das Gemisch dann heiß in eine Schale, wo es beim Abkühlen erstarrt. Das Gemisch enthält zu etwa 50 % das Produkt der Formel



und wird in dieser Form als Kupplungskomponente verwendet.

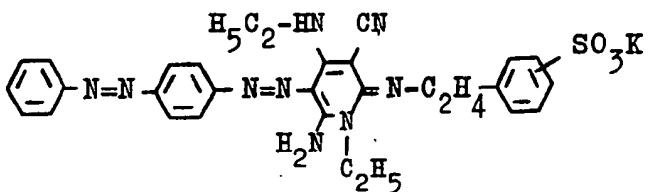
Die aus 19,7 Teilen p-Aminoazobenzol auf übliche Weise erhaltene Lösung des Diazoniumsalzes gibt man bei 0 - 5 °C zu einer Lösung oder Suspension von etwa 80 Teilen des obigen Rohproduktes in 300 Teilen N-Methylpyrrolidon-(2), 300 Teilen Eis und 25 Teilen konzentrierter Salzsäure. Nach dem Abpuffern des Kupplungsge misches auf pH = 3 - 4 röhrt man noch einige Stunden nach und isoliert dann den erhaltenen Farbstoff der Formel



der nach dem Trocknen als rotes Pulver anfällt (etwa 50 Teile).

51,7 Teile des getrockneten Farbstoffes werden bei Raumtemperatur in 240 Teile 23 %igen Oleums eingetragen. Es wird 3 - 4 Stunden bei 30 - 40 °C gerührt, dann auf 500 Teile Eisswasser gegossen und

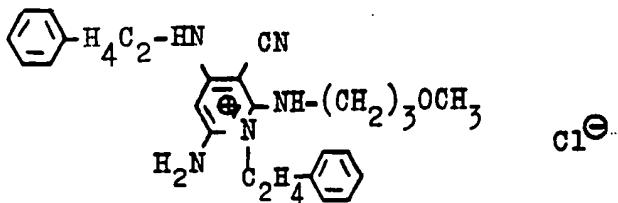
die Fällung abgesaugt. Diese wird in etwa 800 Teile Eiswasser gegeben, und mit halbkonzentrierter Kaliumacetatlösung wird auf einen pH-Wert von 4 - 5 eingestellt. Nach Filtration wird der Farbstoff der wahrscheinlichen Formel



durch Zugabe von festem Kaliumchlorid gefällt. Das getrocknete rotbraune Pulver färbt Polycaprolactamgewebe und Wolle in roten Tönen mit sehr guten Echtheiten.

Beispiel 6

20,7 Teile 6-Amino-2-chlor-3-cyan-1-(2-phenyl)-äthyl-4-(2-phenyl)-äthylaminopyridiniumchlorid werden in 20 Teilen 3-Methoxypropylamin 15 Stunden auf 116 °C erhitzt. Man lässt abkühlen und röhrt in 100 Teile Eiswasser ein. Dabei scheidet sich ein Öl ab, das man in etwa 10 Teilen Methanol löst. Es kristallisiert das Reaktionsprodukt der wahrscheinlichen Formel

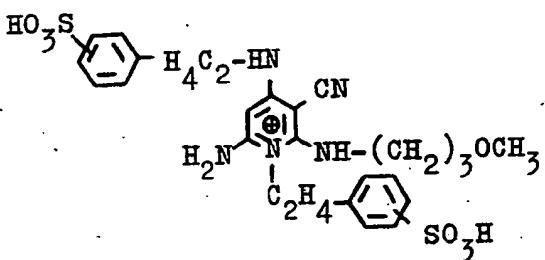


29

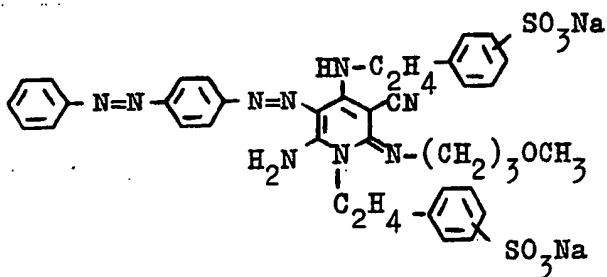
2361551

aus. Durch Absaugen und Trocknen erhält man etwa 10 Teile eines nahezu farblosen Pulvers vom Schmelzpunkt 78 °C.

23,3 Teile des obigen Reaktionsproduktes werden bei Raumtemperatur in 65 Teile 23 %igen Oleums eingerührt. Man röhrt 3 - 4 Stunden bei 30 - 40 °C, gibt dann die Lösung in 500 Teile Eiswasser und stellt unter Kühlung durch Eintropfen von etwa 85 Teilen 50 %iger Natronlauge den pH-Wert auf etwa 3 ein. Die Lösung enthält als Hauptprodukt das Anion der Disulfosäure.



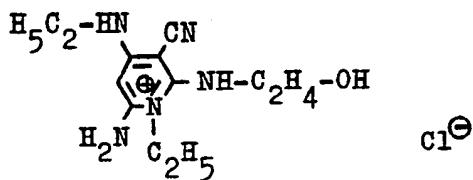
Nach Zurückstellen des pH-Wertes der erhaltenen Lösung auf etwa 1 durch Zugabe von konzentrierter Salzsäure gibt man bei 0 - 5 °C eine aus 7,9 Teilen p-Aminoazobenzol auf übliche Weise erhaltene Lösung des Diazoniumsalzes hinzu. Das Diazotierungsgemisch wird mit 120 Teilen Alkohol versetzt, sein pH-Wert mit 50 %iger Natriumacetatlösung auf 3 - 4 eingestellt und nach dem Filtrieren eingedampft und getrocknet. Es fallen ungefähr 150 Teile eines etwa 17 %igen Farbstoffes der Formel



an. Auf Polycaprolactamgewebe erhält man mit dem getrockneten braun-roten Pulver rote Färbungen mit ausgezeichneten Echtheiten.

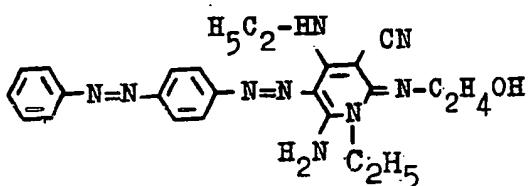
Beispiel 7

26,1 Teile 6-Amino-2-chlor-3-cyan-1-äthyl-4-äthylaminopyridinium-chlorid und 105 Teile 2-Hydroxyäthylamin werden 5 Stunden auf 120 - 130 °C erhitzt. Das Gemisch wird dann abgekühlt und in 500 Teile Eiswasser eingerührt. Man erhält 13,2 Teile eines kristallinen farblosen Pulvers der wahrscheinlichen Formel



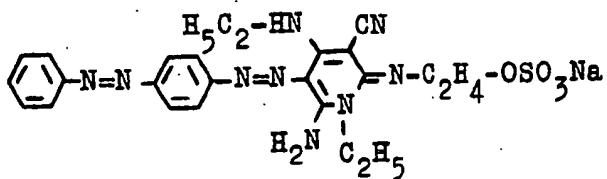
das bei 93 - 100 °C schmilzt und ohne Reinigung als Kupplungskomponente verwendet wird.

31,5 Teile der angegebenen Kupplungskomponente werden in 100 Teilen N,N-Dimethylformamid gelöst und bei 0 - 5 °C zu einer auf übliche Weise ausgehend von 19,7 Teilen p-Aminoazobenzol hergestellten salzsäuren, wäßrigen Diazoniumsalzlösung getropft. Das Lösungsmisch wird mit 50 %iger Natriumacetatlösung auf einen pH-Wert von 3 - 4 abgestumpft, und nach beendeter Kupplung wird der ausgefallene Farbstoff der Formel



abgesaugt und getrocknet. Es fallen 40 Teile eines roten Pulvers an.

Etwa 46 Teile des gewonnenen Farbstoffes werden bei 20 - 30 °C unter Rühren in 260 Teile 100 %ige Schwefelsäure eingetragen, und das Gemisch wird 14 Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Danach gießt man auf 1000 Teile Eis und 300 Teile 50 %ige Natronlauge und stellt durch Zufügen von gesättigter Natriumacetatlösung einen pH-Wert von 4 - 5 ein. Der ausgefallene Säurefarbstoff der Formel



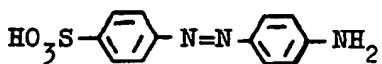
wird abgesaugt und getrocknet. Es fallen 51,4 Teile eines braunroten Pulvers an, das sich in Wasser mit roter Farbe löst und Polycaprolactamgewebe in rotem Ton mit sehr guten Echtheiten färbt.

32

2361551

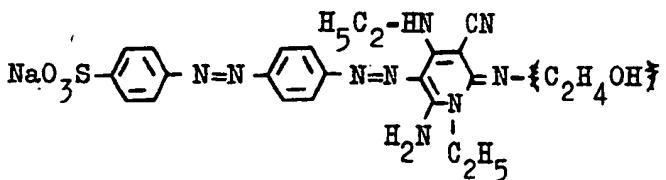
Beispiel 8

27,7 Teile der Diazokomponente der Formel



werden auf übliche Weise in wäßriger, salzsaurer Lösung diazotiert.

Zu der entstandenen Suspension des Diazoniumsalzes gibt man bei 0 - 5 °C eine Lösung von 31,5 Teilen 6-Amino-3-cyan-4-äthylamino-2-(2-hydroxy)-äthylamino-1-äthylpyridiniumchlorid in 100 Teilen N,N-Dimethylformamid zu, stumpft mit 50 %iger Natriumacetatlösung auf pH 2 - 3 ab und saugt nach beendeter Kupplung den ausgefallenen Farbstoff der Formel

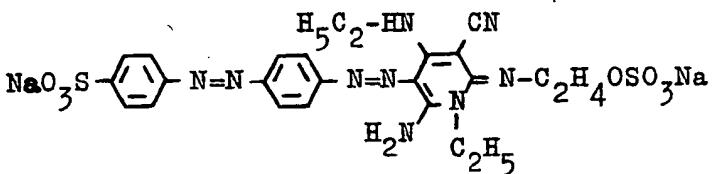


ab.

Nach dem Trocknen bei 70 °C erhält man ein braunrotes Pulver. Dieses löst sich in Wasser mit roter Farbe und färbt Polycaprolactamfasern mit ausgezeichneten Echtheiten rot an.

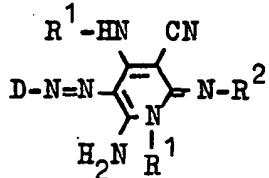
Beispiel 9

55,9 Teile des nach Beispiel 8 dargestellten Farbstoffes werden bei 20 - 30 °C in etwa 260 Teile 100 %ige Schwefelsäure eingetragen und 14 Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Dann gießt man auf 1000 Teile Eis und etwa 300 Teile 50 %iger Natronlauge, stellt mit gesättigter Natriumacetatlösung auf pH = 4 - 5 ein und saugt den ausgefallenen Farbstoff der Formel



ab. Das getrocknete braunrote Pulver löst sich in Wasser mit roter Farbe. Mit sehr guten Echtheiten färbt es Polycaprolactamgewebe in klaren, roten Tönen.

Analog den in den Beispielen 1 bis 9 angegebenen Methoden erhält man auch die im folgenden durch Angabe der Substituenten gekennzeichneten Farbstoffe.

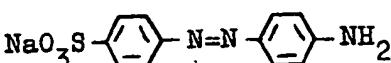
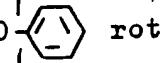


Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbtön der Färbung auf Polycaprolactam
10	<chem>NaO3S-C6H4-N=N-C6H4-SO3Na</chem>	C ₂ H ₅	H	rot
11	"	"	C ₂ H ₅	blaustichig rot
12	"	"	C ₃ H ₇ (n)	"
13	"	"	C ₄ H ₉ (n)	"
14	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
15	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
16	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
17	"	"	(CH ₂) ₂ -C ₆ H ₅	"
18	"	"	-C ₆ H ₅	"
19	"	"	(CH ₂) ₂ OOCCH ₃	"
20	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"

509825 / 0994

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton der Färbung auf Polycaprolactam
21	<chem>NaO3S-c1ccc(N=N-c2ccc(S(=O)(=O)Na)cc2)cc1</chem>	C ₂ H ₅	-C ₆ H ₄ OCH ₃	blaustichig rot
22	"	"	C ₆ H ₁₃ (n)	"
23	"	"	C ₈ H ₁₇ (i)	"
24	"	"	-C ₆ H ₅	"
25	"	"	-(CH ₂) ₅ -CN	"
26	"	"	CH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	"
27	"	"	-C ₆ H ₄ Cl	"
28	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₅	"
29	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
30	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
31	"	"	(CH ₂) ₂ -C ₆ H ₅	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
32	<chem>NaO3S-c1ccc(N=Nc2ccc(S(=O)(=O)Na)cc2)cc1</chem>	C ₂ H ₄ OCH ₃	<chem>c1ccc(OCC)cc1</chem>	blaustichig rot
33	"	"	<chem>CCCCOC(Cc1ccccc1)CO</chem>	"
34	"	"	<chem>c1ccccc1</chem>	"
35	"	"	<chem>c1ccc2ccccc2c1</chem>	"
36	<chem>NaO3S-c1ccc(N=Nc2ccc(N)cc2)cc1</chem>	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	rot
37	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
38	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"
39	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
40	"	"	(CH ₂) ₃ O(CH ₂) ₄ OH	"
41	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
42	"	"	(CH ₂) ₃ OOCCH ₃	"
43	"	"	<chem>CC(C)n(C)C(O)CO</chem>	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
44	NaO ₃ S- 	C ₂ H ₅	CH ₂ -CHOH-CH ₃	rot
45	"	"	(CH ₂) ₃ O(CH ₂) ₂ O 	rot
46	"	"	H	scharlach
47	"	"	-CH ₂ -CH=CH ₂	rot
48	"	"	-  OC ₂ H ₄ OH	rot
49	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	scharlach
50	"	"	C ₃ H ₇ (n)	rot
51	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
52	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"
53	"	"	CH(CH ₃)-CH ₂ OH	"
54	"	"	C ₃ H ₇ (i)	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
55	<chem>NaO3S-c1ccc(N=Nc2cc(C)cc(N)cc2)cc1</chem>	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	rot
56	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
57	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
58	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
59	"	"	(CH ₂) ₂ OCOCH ₃	"
60	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"
61	"	"	CH ₂ CHOH-CH ₃	"
62	"	"	H	scharlach
63	"	"	(CH ₂) ₄ OH	rot
64	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	scharlach
65	"	"	(CH ₂) ₂ OH	rot
66	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbtön
67		C ₂ H ₄ OCH ₃	CH(CH ₃)(CH ₂) ₃ C(OH)(CH ₃) ₂	rot
68	"	"	(CH ₂) ₃ O(CH ₂) ₂ OH	rot
69		C ₂ H ₅	H	scharlach
70	"	"	C ₃ H ₇ (n)	rot
71	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
72	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
73	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
74	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"
75	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₄ OCH ₃	"
74	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₄ OCH ₂ H ₅	"
75	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	scharlach
76	"	"	C ₂ H ₅	rot

509825 / 0994

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
77		C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂ OH	rot
78	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
79	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₂ H ₄ OCH(CH ₃) ₂	rot
80		C ₂ H ₅	H	rotviolett
81	"	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	violett
82	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
83	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"
84	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
85	"	"	-(CH ₂) ₂	"
86	"	"	(CH ₂) ₃ OOCCH ₃	"
87	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
88	<chem>NaO3S-c1ccc2c(c1)N=Nc3cc(O)cc(N)c3</chem>	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₄ OC ₄ H ₉	violett
89	"	"	cyclooctahedron H	"
90	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	rotviolett
91	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₅	violett
92	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
93	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
94	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₄ OCH ₂ C ₆ H ₅	"
95	"	C ₂ H ₅	H	rotviolett
96	"	"	C ₂ H ₅	violett
97	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
98	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
99		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ (CH ₂) ₂ OH	violett
100	"	"	(CH ₂) ₂ -	"
101	"	"	(CH ₂) ₂ OOCCH ₃	"
102	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
103	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₄ OC ₂ H ₄ C ₆ H ₅	"
104	"	"		"
105	"	"		"
106	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	rotviolett
107	"	"	C ₃ H ₇ (n)	violett
108	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
109	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"

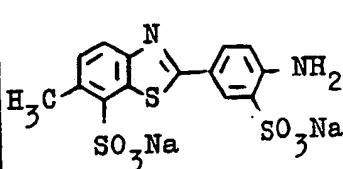
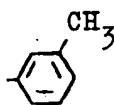
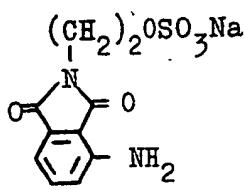
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
110		C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₄ O-	violett
111	"	"	(CH ₂) ₇ CN	"
112		C ₂ H ₅	E	bordo
113	"	"	C ₂ H ₅	schwarzviolett
114	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
115	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
116	"	"	C ₄ H ₉ (n)	"
117	"	"		"
118	"	"	C ₆ H ₁₃ (n)	"
119	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
120	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₄ OC ₆ H ₅	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
121		C ₂ H ₅		rotviolett
122	"	"		"
123	"	"		"
124	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	bordo
125	"	"	C ₈ H ₁₇ (i)	rotviolett
126	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
127	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
128	"	"	(CH ₂) ₃ O-CH(CH ₃)CH ₂ OCH ₃	"
129		C ₂ H ₅	H	bordo
130	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	"
131	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	rotviolett

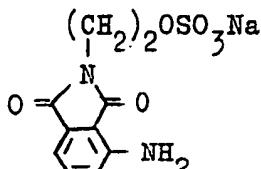
509825/0994

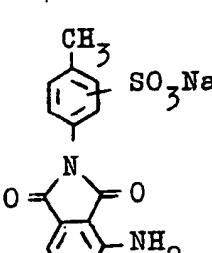
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
132	<chem>NaO3S-c1ccc(cc1)-N=N-c2ccc(cc2)NH2-S(=O)(=O)[Na]</chem>	C ₂ H ₄ OCH ₃	cyclohexyl	rotviolett
133	"	"	(CH ₂) ₃ OCOCH ₃	"
134	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
135	"	"	(CH ₂) ₃ OCH(CH ₃)CH ₂ OC ₄ H ₉	"
136	"	"	(CH ₂) ₆ CN	"
137	"	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	"
138	"	"	C ₄ H ₉ (n)	"
139	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
140	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
141	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
142	"	"	(CH ₂) ₂ -C ₆ H ₅	"

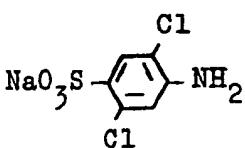
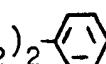
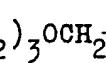
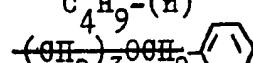
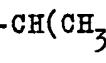
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
143		C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃ (n)	rot-violett
144	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₂ CH(CH ₃)OCH ₃	"
145	"	"	CH(CH ₃)(CH ₂) ₃ -OH	"
146		C ₂ H ₄ OCH ₃	H	gelbstichig orange
147	"	C ₂ H ₅	H	"
148	"	"	C ₂ H ₄ OH	orange
149	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
150	"	"	(CH ₂) ₃ O(CH ₂) ₄ OH	"
151	"	"	C ₂ H ₅	"
152	"	"	C ₈ H ₁₇ (i)	"
153	"	"		"

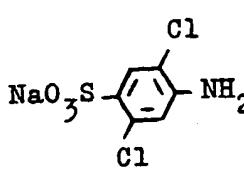
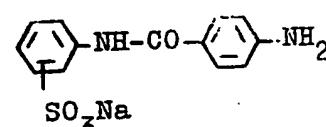
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
154		C ₂ H ₅		orange
155	"	"	CH ₂ -CHOH-CH ₃	"
156	"	"		"
157	"	"	(CH ₂) ₃ OCH(CH ₃)CH ₂ OC ₂ H ₅	"
158	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₂ H ₅	"
159	"	"	(CH ₂) ₂ - 	"
160	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
161	"	"	(CH ₂) ₂ OC ₃ H ₇	"
162		"	H	gelb
163	"	C ₂ H ₅	H	"
164	"	"	C ₄ H ₉ (n)	"
165	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"

509825 / 0994

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
166		C ₂ H ₅	CH ₂ -CH(CH ₃)- 	gelb
167	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
168	"	"	(CH ₂) ₃ -O-CH ₂ - 	"
169	"	"	(CH ₂) ₂ OC ₄ H ₉	"
170	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₅	"
171	"	"		"
172	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	C ₃ H ₇ (n)	"
173	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂ OH	"
174	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
175	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₃ H ₇	"

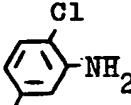
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
176		C ₂ H ₄ OCH ₃	H	gelb
177	"	C ₂ H ₅	H	"
178	"	"	C ₆ H ₁₃ (n)	orange
179	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
180	"	"	(CH ₂) ₃ OOCCH ₃	"
181	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
182	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₄ H ₉	"
183	"	"		"
184	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂ OH	"
185	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
186	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₂ CH(C ₂ H ₅)C ₄ H ₉	"
187	"	"	CH ₂ -C ₆ H ₅	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
188		C ₂ H ₄ OCH ₃	H	gelb
189	"	C ₂ H ₅	H	"
190	"	"	(CH ₂) ₂ - 	"
191	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₂ - 	"
192	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₂ -  -C ₄ H ₉ -(n)	"
193	"	"	CH ₂ -CH(CH ₃)- 	"
194	"	"	C ₆ H ₁₃ -(n)	"
195	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
196	"	"	C ₃ H ₇ -(n)	"
197	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
198	"	"	(CH ₂) ₃ OOCCH ₃	"
199	"	"		"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
200		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ OC ₆ H ₁₃	gelb
201	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂ - 	"
202	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
203	"	"	C ₆ H ₁₃ (n)	"
204	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₈ H ₁₇	"
205		C ₂ H ₄ OCH ₃	H	"
206	"	C ₂ H ₅	H	"
207	"	"	C ₂ H ₅	"
208	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
209	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
210	"	"	(CH ₂) ₃ O(CH ₂) ₂ O- 	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
211		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	gelb
212	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₂ H ₁₇	"
213	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂ OH	"
214	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
215		"	H	"
216	"	C ₂ H ₅	H	"
217	"	"	(CH ₂) ₂ -	"
218	"	"	C ₆ H ₁₃ -(n)	"
219	"	"		"
220	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
221	"	"	(CH ₂) ₃ O-	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
222		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ OCH ₂ C ₆ H ₅	gelb
223	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₄ C ₆ H ₅	"
224	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	CH ₂ -CH(CH ₃)-	"
225	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
226	"	"	(CH ₂) ₃ OC ₆ H ₅	"
227	"	"	-CH(CH ₃)CH ₂ OCH ₃	"
228	"	"	-CH(CH ₃)CH ₂ OC ₄ H ₉	"
229	"	"	-CH(CH ₂)CH ₂ OC ₆ H ₅	"
230	"	"	-CH(CH ₃)CH ₂ OCH ₂ C ₆ H ₅	"
231		"	H	"
232	"	C ₂ H ₅	H	"
233	"	"	(CH ₂) ₂ -	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
234	 SO ₃ Na	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OH	gelb
235	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"
236	"	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
237	"	"	-  -CH ₃	"
238	"	"	(CH ₂) ₃ OOCCH ₃	"
239	"	"	C ₆ H ₁₃ (n)	"
240	"	"	-CH ₂ CH(CH ₃)OCH ₃	"
241	"	"	-CH ₂ CH(CH ₃)OC ₂ H ₅	"
242	"	"	-CH ₂ CH(CH ₃)OC ₄ H ₉	"
243	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂ 	"
244	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
245	"	"	CH ₂ CH(CH ₃)OC ₂ H ₄ C ₆ H ₅	"
246	"	"	-(CH ₂) ₅ CN	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
247		C ₂ H ₄ OCH ₃	H	gelb
248	"	C ₂ H ₅	H	"
249	"	"	C ₂ H ₅	"
250	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
251	"	"	CH ₂ -CH(CH ₃)-	"
252	"	"		"
253	"	"	(CH ₂) ₃ OOCCH ₃	"
254	"	"	CH ₂ CH(CH ₃)OC ₆ H ₅	"
255	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂	"
256	"	"		"
257	"	"	(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
258	"	"	-CH ₂ --CH ₂ OH	"

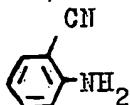
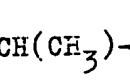
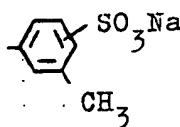
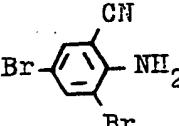
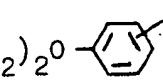
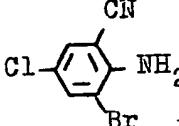
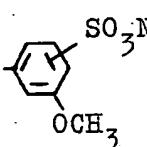
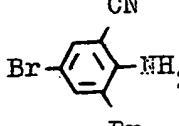
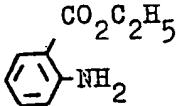
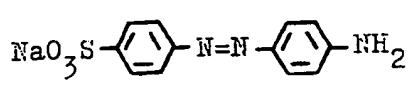
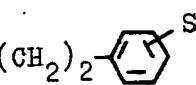
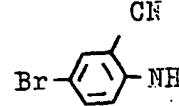
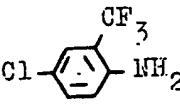
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
259		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OH	rotstichig blau
260	"	"	(CH ₂) ₂ CN	"
261		"	"	blau
262		C ₄ H ₉ -n	(CH ₂) ₂ OH	gelb
263	"	C ₂ H ₄ -C ₆ H ₅	"	"
264	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"	"
265		-	(CH ₂) ₂ OH	"
266	"	C ₂ H ₄ -C ₆ H ₅	"	"
267		C ₃ H ₇ -(n)	(CH ₂) ₃ OH	orange
268	"	-	(CH ₂) ₂ OH	"

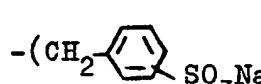
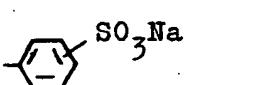
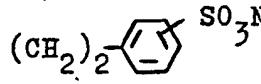
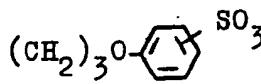
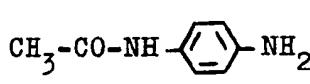
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
269	NaO ₃ S-  -N=N-  -NH ₂	- 	(CH ₂) ₂ OH	rot
270	"	C ₂ H ₄ C ₆ H ₅	"	"
271	NaO ₃ S-  -N=N-  SO ₃ H-NH ₂	C ₂ H ₄ C ₆ H ₅	(CH ₂) ₂ OH	blaustichig rot
272	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	(CH ₂) ₃ OH	"
273	KO ₃ S-  -N=N-  CH ₃ -NH ₂	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OH	rot
274	NaO ₃ S-  -N=N-  CH ₃ -NH ₂	"	"	"
275	SO ₃ Na-  -N=N-  NH ₂	"	-(CH ₂) ₂ OCH ₃	"
276	SO ₃ Na-  -N=N-  CH ₃ -NH ₂	"	-(CH ₂) ₂ OH	"
277	SO ₃ Na-  -N=N-  CH ₃ -NH ₂	"	"	"
278	SO ₃ Na-  -N=N-  CH ₃ -NH ₂	"	"	"
279	SO ₃ Na-  -N=N-  OCH ₃ -NH ₂	"	(CH ₂) ₃ OCH ₃	"
280	HO-  -N=N-  CH ₃ -SO ₃ Na-NH ₂	"	(CH ₂) ₂ OH	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
281		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ O(CH ₂) ₂ OSO ₃ Na	scharlach
282	"	"	(CH ₂) ₃ O(CH ₂) ₄ OSO ₃ Na	"
283	" O=C-NH-CH ₂ -CH-C ₄ H ₉ (n) 	"	(CH ₂) ₃ O(CH ₂) ₆ OSO ₃ Na	"
284		"	-C ₂ H ₄ -SO ₃ Na	gelb
285	O=C-N-C ₂ H ₄ 	"	"	"
286		C ₅ H ₇ (n)	"	orange
287		"	"	gelb
288		"	"	"
289		C ₂ H ₅	"	"

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
290		C ₂ H ₅	-C ₂ H ₄ -SO ₃ Na	gelb
291		(CH ₂) ₂ -SO ₃ Na	(CH ₂) ₂ OCH ₃	scharlach
292		"	"	"
293		"	"	"
294		"	"	"
295		-	(CH ₂) ₂ OSO ₃ Na	goldgelb
296		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OSO ₃ K	orange
297		"	(CH ₂) ₂ -	blaustichig rot

Esp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
296		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ OSO ₃ Na	gelb
299	"	"	CH ₂ CH(CH ₃)OSO ₃ Na	"
300	NaO ₃ S--N=N--NH ₂	"	CH ₂ CH(CH ₃)OSO ₃ Na	rot
301	NaO ₃ S--N=N--NH ₂	"	(CH ₂) ₆ OSO ₃ Na	"
302		"	(CH ₂) ₄ OSO ₃ K	scharlach
303	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OSO ₃ Na	"
304		"	C ₂ H ₄ -SO ₃ Na	goldgelb
305		C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂ OSO ₃ K	scharlach
306		C ₂ H ₅		orange
307	"	"		goldgelb
308		"	(CH ₂) ₃ OSO ₃ K	gelb

Bsu.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbtön
309		C ₂ H ₄ OCH ₃	-CH ₂ -CH(CH ₃)  SO ₃ Na	gelb
310	"	C ₂ H ₅		goldgelb
311		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ O  SO ₃ Na	orange
312		"		scharlach
313		"	(CH ₂) ₂ OSO ₃ Na	orange
314			(CH ₂) ₃ OSO ₃ Na	gelb
315		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂  SO ₃ Na	rot
316		"	(CE ₂) ₂ OSO ₃ K	goldgelb
317		"	"	"

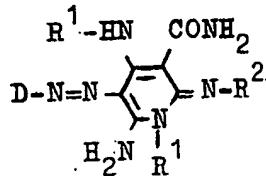
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
318		C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OSO ₃ K	goldgelb
319		"	(CH ₂) ₂  SO ₃ Na	"
320	"	"	-(CH ₂)  SO ₃ Na	"
321		"	 SO ₃ Na	rotstichig gelb
322	"	"	(CH ₂) ₂  SO ₃ Na	"
323	"	"	(CH ₂) ₃ O  SO ₃ Na	"
324	CH ₃ -CO-NH-  NH ₂	"	"	gelb
325		C ₂ H ₄ OCH ₃	(CH ₂) ₂ OSO ₃ K	scharlach

Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
326		C ₂ H ₅		gelb
327	"	"		"
328		"		"
329		"	"	"
330	"	"		"
331		"		"
332		"		"
333		"	"	"
334		"	"	"

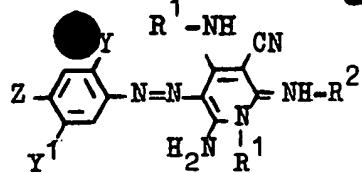
Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
335		C ₂ H ₅	-C ₂ H ₄ -SO ₃ Na	gelb
336		"	"	"

-66-

509825 / 0994



Bsp.	D-NH ₂	R ¹	R ²	Farbton
337	<chem>NaO3S-c1ccc(N=Nc2ccc(S(=O)(=O)Na)cc2)cc1</chem>	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OCH ₃	violett
338	"	"	(CH ₂) ₂ -c6ccccc6	"
339	<chem>Cl-c1ccc(C#N)cc1</chem>	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ -c6ccccc6-SO3Na	orange
340	<chem>c1ccc(C(=O)OCC)cc1</chem>	"	-c6ccccc6-SO3Na	"
341	<chem>c1ccc(C#N)cc1</chem>	"	"	"
342	<chem>KO3S-c1ccc(N=Nc2ccc(N)cc2)cc1</chem>	C ₃ H ₇ (n)	-C ₂ H ₄ -OSO ₃ K	rot

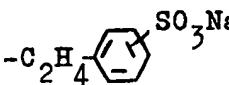
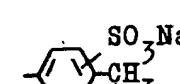
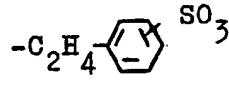
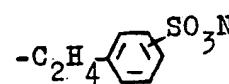


Nr.	Z	Y	Y ¹	R ¹	R ²	Farbton
343	H	SO ₃ Na	NHCOCH ₃	C ₂ H ₅	H	gelb
344	"	"	"	"	(CH ₂) ₂ -OH	"
345	"	"	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"
346	"	"	"	"	(CH ₂) ₂ O(CH ₂) ₂ OH	"
347	"	"	"	C ₂ H ₄ OCH ₃	H	"
348	"	"	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"
349	SO ₃ Na	H	"	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OH	"
350	CH ₃ O-	N=N-	"	SO ₃ Na	"	rot
351	"	SO ₃ Na	H	"	"	"
352	NaO ₃ S-	N=N-	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ OH
353		N=N	"	"	"	"
354	"	"	"	"	(CH ₂) ₂ OH	"

509825/0994

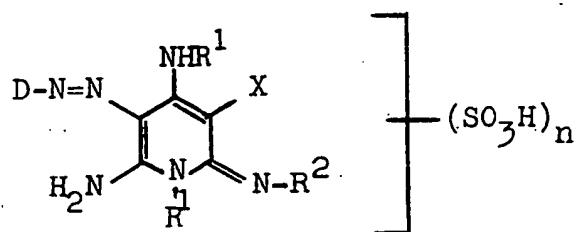
Bsp.	Z	Y	Y ¹	R ¹	R ²	Farbtön	
355		CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	rot	
356	"	OCH ₃	"	"	"	"	
357		CH ₃	"	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OH	"	
358	NaO ₃ S(CH ₂) ₂ NHS-	O	Cl	Cl	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OH	gelb
359	"	"	"	"	(CH ₂) ₃ OH	"	
360	HO-	SO ₃ Na	H	"	(CH ₂) ₂ OH	rot	
361	NaO ₃ S-	Cl	CH ₃	CH ₃	"	"	
362	CH ₃ O-	SO ₃ Na	H	"	"	"	
363	H	CO ₂ C ₃ H ₇ (n)	"	"	C ₂ H ₄ -	gelb	
364	"	"	(i)	"	"	"	
365	"	CO ₂ C ₂ H ₄ OCH ₃	"	"	CH ₂ CH(CH ₃)-	"	

Bsp.	Z	Y	Y ¹	R ¹	R ²	Farbtön
366	H	H	CO ₂ CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₂ CH(CH ₃)  SO ₃ ^{Na}	gelb
367	"	"	CO ₂ C ₂ H ₅	"	C ₂ H ₄  SO ₃ ^{Na}	"
368	"	"	CO ₂ C ₃ H ₇ (n)	"	"	"
369	"	"	"	(i) "	"	"
370	"	"	CO ₂ C ₂ H ₄ OCH ₃	"	 SO ₃ ^{Na}	"
371	CO ₂ CH ₃	"	H	C ₂ H ₅	-C ₂ H ₄  SO ₃ ^{Na}	"
372	CO ₂ C ₂ H ₅	"	"	"	"	"
373	CO ₂ C ₃ H ₇ (i)	"	"	"	"	"
374	CO ₂ C ₃ H ₇ (n)	"	"	"	"	"
375	CO ₂ C ₂ H ₄ OCH ₃	"	"	"	"	"
376	CO ₂ C ₂ H ₅	Br	H	C ₃ H ₇ (n)	"	goldgelb
377	H	CF ₃	H	C ₄ H ₉ (n)	"	gelb

Bsp.	Z	Y	Y ¹	R ¹	R ²	Farbton
378	CH ₃ SO ₂ -	H	H	C ₂ H ₅	-C ₂ H ₄  SO ₃ Na	gelb
379	"	Cl	"	"	"	goldgelb
380	H ₂ N-SO ₂ -	H	H	C ₃ H ₇ (n)	-  SO ₃ Na	gelb
381	O  N-SO ₂ -	"	"	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₄  SO ₃ Na	"
382	H	H	H ₂ NSO ₂ -	"	"	"
383	"	H	n-C ₄ H ₉ SO ₂ -	"	-CH ₂ CH(CH ₃)  SO ₃ Na	"
384	"	"	O  N-SO ₂ -	"	"	"
385	-CO-NH ₂	"	H	"	-C ₂ H ₄  SO ₃ Na	"
386	-CO-NH-CH ₃	"	"	"	"	"
387	-CO-NH-C ₄ H ₉ (n)	"	"	"	-  SO ₃ Na	"
388	H	"	-CO-NH ₂	"	-C ₂ H ₄  SO ₃ Na	"
389	"	"	-CO-NH-CH ₃	"	"	"

Bsp.	Z	Y	Y ¹	R ¹	R ²	Farbton
390	H	CO ₂ C ₃ H ₇ (n) H		C ₂ H ₅	C ₂ H ₄ -  SO ₃ Na	gelb
391	-CN	-CN	H	"	"	orange
392	-SO ₃ K	Cl	"	"	C ₂ H ₄ -  SO ₃ K	gelb
393	H	SO ₃ K	Cl	"	"	gelb
394	-SO ₃ Na	Br	Br	C ₃ H ₇ (n)	C ₂ H ₄ -  SO ₃ Na	goldgelb
395	-CH ₃	SO ₃ Na	Cl	C ₂ H ₅	"	gelb
396	Cl	SO ₃ Na	CH ₃	"	"	"

1. Wasserlösliche Azofarbstoffe, die in Form der freien Säuren und in einer der möglichen tautomeren Formen der Formel I



entsprechen, in der

D den Rest einer Diazokomponente,

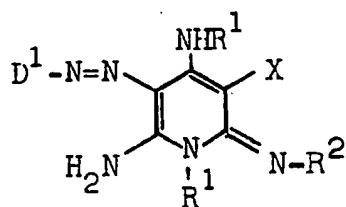
X Cyan oder Carbamoyl,

n die Zahlen 1 bis 4,

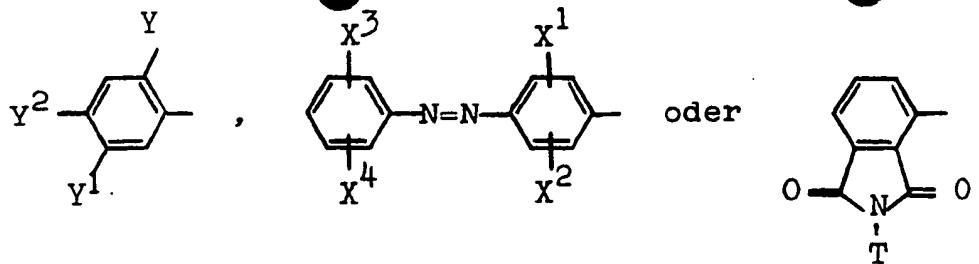
R¹ gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Cycloalkyl oder Aralkyl und

R² Wasserstoff oder gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Cycloalkyl, Aralkyl oder Aryl bedeuten.

2. Farbstoffe gemäß Anspruch 1 der Formel



in der D¹ einen Rest der Formel



X^4 Wasserstoff oder SO_3H ,

X Cyan oder Carbamoyl,

Y Wasserstoff, Cyan, Chlor, Brom, Methylsulfon, Äthylsulfon,
Phenylsulfon, Carbalkoxy oder SO_3H ,

Y^1 Wasserstoff, Chlor, Brom oder SO_3H ,

Y^2 Wasserstoff, Chlor, Brom, Methyl, Carbalkoxy, 2-Benzthiazolyl
oder SO_3H ,

X^2 Wasserstoff, Methyl, Hydroxy, Methoxy oder SO_3H ,

X^1 Wasserstoff, Methyl, Methoxy oder SO_3H ,

X^2 Wasserstoff, Methyl oder Methoxy und

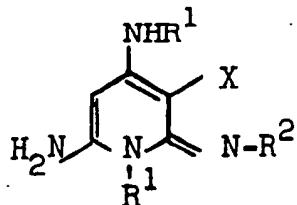
T Wasserstoff oder einen Substituenten bedeuten und

R^1 und R^2 die angegebene Bedeutung haben.

3. Verfahren zur Herstellung von Farbstoffen gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man
a) eine Diazoverbindung von Aminen der Formel

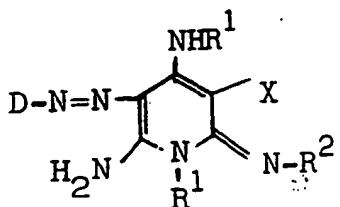


mit einer Kupplungskomponente der Formel



umsetzt, oder

b) Farbstoffe der Formel



sulfiert, D, R¹ und R² haben dabei die angegebenen Bedeutungen.

4. Farbstoffzubereitungen zum Färben stickstoffhaltiger Fasern, enthaltend neben üblichen Bestandteilen Farbstoffe gemäß Anspruch 1 oder 2.

BASF Aktiengesellschaft

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.